

Titre: Évaluation des capacités et des conditions d'enlèvement du
phosphore dissous par les scories d'aciéries

Auteur: Candice Lospied

Date: 2003

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Lospied, C. (2003). Évaluation des capacités et des conditions d'enlèvement du
phosphore dissous par les scories d'aciéries [Mémoire de maîtrise, École
Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/7288/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/7288/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:**
Advisors:

Programme: Non spécifié
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉVALUATION DES CAPACITÉS ET DES CONDITIONS D'ENLÈVEMENT DU
PHOSPHORE DISSOUS PAR LES SCORIES D'ACIÉRIES

CANDICE LOSPIED

DÉPARTEMENT DES GÉNIES CIVIL, GÉOLOGIQUE ET DES MINES
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE CIVIL)

OCTOBRE 2003



National Library
of Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

Acquisitions et
services bibliographiques

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 0-612-90845-3

Our file Notre référence

ISBN: 0-612-90845-3

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this dissertation.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de ce manuscrit.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the dissertation.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

ÉVALUATION DES CAPACITÉS ET DES CONDITIONS D'ENLÈVEMENT DU
PHOSPHORE DISSOUS PAR LES SCORIES D'ACIÉRIES

présenté par: LOSPIED Candice

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. CHAPUIS Robert P., D.Sc.A., président

M. COMEAU Yves, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. KHAROUNE Mourad, Ph.D., membre et codirecteur de recherche

M. SAUVÉ Sébastien, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier le CRSNG, la Société de Recherche et de Développement en Aquaculture Continentale (SORDAC), le Réseau Aquacole Québec (RAQ), Ispat Sidbec et Heckett Multiserv qui ont financé ce projet de recherche.

Merci au professeur Yves Comeau pour son expertise et ses bons conseils.

Un grand merci à Mourad Kharoune pour son encadrement, ses conseils et ses nombreux encouragements.

Je tiens à remercier tout spécialement Denis Bouchard qui m'a toujours bien reçu lorsqu'il me voyait arriver avec mes échantillons et surtout qui a fait que j'ai passé au laboratoire des moments forts agréables.

Un grand merci à Christian Dallaire et à Marcel Dugal pour leur aide technique. Merci beaucoup à Michel Piché de la société Ispat Sidbec et à Bruce Farrand de la société Dofasco de m'avoir fourni les scories d'aciéries.

Merci à tous les étudiants du laboratoire Christopher, Raphaël, Bastien, Ghita, Assia, Lynda, Louis, Claudiane, Dwight et Jonnhy pour la bonne ambiance qu'ils mettent au sein de l'équipe.

Enfin, merci à Philippe, à Aline, à Delphine, à Aleksandra, à mes parents, Jean-Claude et Marie-Léna, ainsi qu'à mon frère Jérôme, de m'avoir soutenu de près ou "à distance" tout au long de ma maîtrise.

RÉSUMÉ

Le rejet d'effluents piscicoles dans l'environnement, crée des impacts négatifs, notamment dus à la masse de phosphore (P) rejetée quotidiennement. Afin de limiter les problèmes d'eutrophisation que cela pourrait engendrer, le MENV élabore de nouvelles normes pour les rejets piscicoles, nécessitant l'utilisation de systèmes de traitement plus efficaces que la seule utilisation d'un étang de sédimentation. La création de zones de décantation dans les rigolets d'élevage et leur nettoyage intermittent est une des options de gestion des solides qui permet de réduire les rejets en matières en suspension et en phosphore au milieu récepteur. Le stockage de ces boues, cependant, résulte en une minéralisation et un relargage de phosphore qu'il convient de capter. À cette fin, un programme de recherche portant sur l'utilisation de marais artificiels suivis de lits de scories d'aciéries est en cours d'investigation.

Deux scories préalablement sélectionnées ont été testées pour leur capacité de déphosphatation: les scories de four à arc électrique de la société Ispat Sidbec (IS) et les scories de haut fourneau de la société Dofasco (D). Des essais en cuvette sur 24 h ont d'abord été réalisés afin de déterminer les paramètres de dimensionnement d'un système à pleine échelle et de caractériser les mécanismes de rétention du P. Des essais en colonnes avec une solution synthétique ont ensuite été réalisés pendant une période de 475 jours et ont permis de déterminer le potentiel de rétention du P.

Les essais en cuvette ont montré que pour toutes les conditions testées, la cinétique des scories IS était plus rapide que celle des scories D. Un pH acide, une faible granulométrie et une température plus importante ont aussi favorisé l'enlèvement du P.

Les essais en colonne ont permis de déterminer que les scories IS avaient un potentiel deux fois plus important que les scories D : 6,5 mg P/g pour les scories IS contre 2,8 mg P/g pour les scories D. De plus, les scories ont montré un enlèvement du P inversement proportionnel à la concentration initiale en P, probablement dû à une

saturation des sites réactionnels et à une incapacité des scories à relarguer le calcium et les ions hydroxydes nécessaires à la précipitation de l'excès de P présent en solution.

Bien que les deux scories soient différentes de par leur structure, leur forme et leur composition chimique, les mécanismes impliqués semblent être similaires et basés sur l'adsorption et la précipitation du phosphore avec le calcium et l'aluminium. La principale différence observée a été que le potentiel de neutralisation du pH des scories IS s'est avéré être largement supérieur à celui des scories D. Le relargage des ions hydroxydes par les scories IS permettrait donc des échanges plus importants entre la surface des scories et le phosphore présent en solution, résultant en un enlèvement plus important du P.

Les scories IS ont montré un bon potentiel d'enlèvement du P et ont été retenues pour un essai de démonstration sur site à la pisciculture des Alléghanys à Saint-Damien-de-Buckland (Québec).

ABSTRACT

Fish farm effluents discharged into the environment create negative impacts, mostly because of their phosphorus content. To minimize eutrophication problems, the Ministry of the environment of Quebec (MENV) is currently preparing new guidelines for the environmental requirements of fish farm nutrient discharges. The installation of settling zones in raceways and their sporadic cleaning is one of the solids management option which allows the reduction of suspended solids and phosphorus emissions into the environment. Sludge storage, however, results in organic matter mineralization releasing of phosphorus that must be captured. The use of constructed wetlands followed by slag beds is investigated to retain phosphorus from sludge silos supernatant.

The phosphorus removal potential of two steel slags materials was investigated: Ispat Sidbec electrical arc furnace slags (IS) and Dofasco blast furnace slags (D). Twenty-four hours batch tests were conducted to determine the parameters that could influence the design of a system and to characterize P retention mechanisms. Column studies using phosphorus solution were conducted over a period of 475 days to determine the P retention potential.

For all batch tests, the kinetics of P retention by IS slag was more rapid than by D one. An initially acidic pH, a fine particle size distribution and a high temperature promoted P removal.

During column studies, about 6.5 mg P/g of slag was removed by IS slag while D slag have just removed a maximum of 2.8 mg P/g of slag. P removal efficiency was inversely related to initial P concentration, probably due to a saturation of P sorption sites and to the fact that the slag could not release enough Ca^{2+} and OH^- to react with the excess P in solution.

The two slags were different in their structure, form and chemical composition, but the P removal mechanisms appeared to be the same, based on the use of Ca and Al for the

phosphorus retention. The most important difference observed was that pH neutralization potential of IS slag was much higher than of D slag. Hydroxide ions solubilisation favored ligand exchange between the slag's surface and the P present in solution, resulting in increased P removal.

IS slag showed a promising potential for P removal and was chosen for a demonstration scale experiment at the fish farm of Saint-Damien-de-Buckland (Québec).

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ	v
ABSTRACT.....	vii
TABLE DES MATIÈRES.....	ix
LISTE DES TABLEAUX.....	xiv
LISTE DES FIGURES	xvi
LISTE DES SIGLES ET ABBRÉVIATIONS	xxi
LISTE DES ANNEXES.....	xxii
CHAPITRE 1:INTRODUCTION.....	1
1.1. Problématique: impacts des activités piscicoles	1
1.2. Caractéristiques des effluents piscicoles.....	3
1.3. Technique de traitement proposée	4
1.4. Hypothèse et objectifs de l'étude	5
CHAPITRE 2:REVUE DE LITTERATURE	7
2.1. Le phosphore et l'environnement.....	7
2.1.1. Présentation du phosphore	7
A) Chimie du phosphore	7
B) Le phosphore essentiel à la vie.....	7
C) Cycle du phosphore	8
D) Le phosphore dans le milieu aquatique	9
2.1.2. Problématique du phosphore.....	11
2.2. Interactions entre les phosphates et les sols.....	12
2.2.1. Réactions de précipitation des phosphates	12
2.2.2. Réactions à l'interface solide-liquide	15

A) Adsorption.....	15
B) Isothermes d'adsorption.....	16
C) Corrélation entre les paramètres de sorption des phosphates et les propriétés du sol	18
D) Paramètres influençant la mesure de la sorption des phosphates.....	19
E) Hydroxydes de surface	20
2.2.3. Cinétique de l'interface solide-liquide.....	21
A) Cinétique de l'adsorption.....	21
B) Formation de noyaux et de précipités.....	23
2.2.4. Cinétique de la sorption des phosphates	27
A) Cinétique d'ordre 1	28
B) Loi de diffusion parabolique	28
C) Expression de Kuo et Lotse.....	28
2.2.5. Conclusions sur les expressions de fixation du phosphore sur un sol.....	29
2.3. Méthodes de déphosphatation des eaux usées	30
2.3.1. Déphosphatation chimique.....	30
2.3.2. Déphosphatation biologique.....	32
2.3.3. Applicabilité aux rejets piscicoles.....	32
2.3.4. Déphosphatation par marais artificiels et lits filtrants.....	33
2.4. Les scories d'aciéries.....	34
2.4.1. Origine et composition des scories d'aciéries.....	34
2.4.2. Applications environnementales des scories.....	37
A) Valorisation des scories.....	37
B) Risques pour la santé et l'environnement	38
2.5. Déphosphatation des eaux usées par les scories d'aciéries	38
CHAPITRE 3:MATÉRIELS ET MÉTHODES	44
3.1. Scories utilisées.....	44
3.1.1. Description des scories.....	44

3.1.2. Granulométrie des scories	45
3.1.3. Composition chimique	46
3.1.4. Test de lixiviation.....	47
3.2. Protocoles expérimentaux.....	48
3.2.1. Prétest en colonnes (effluent réel).....	48
3.2.2. Essais en cuvée (solution de P)	51
A) Montage expérimental.....	51
B) Suivi expérimental.....	52
3.2.3. Essais en colonne (solution de P).....	54
A) Montage expérimental.....	54
B) Préparation de la solution	57
C) Suivi expérimental.....	57
D) Démontage des colonnes.....	58
3.3. Méthodes analytiques	58
CHAPITRE 4:RÉSULTATS – DISCUSSION.....	59
4.1. Tests de lixiviation.....	59
4.1.1. Objectifs	59
4.1.2. Résultats	59
4.2. Prétest en colonnes – effluent réel	60
4.2.1. Objectifs	60
4.2.2. Performance d'enlèvement des orthophosphates et du phosphore	60
4.2.3. Rétention des matières en suspension	62
4.2.4. Evolution du pH	64
4.2.5. Conclusions	65
4.3. Essais en cuvée (solution de phosphore)	66
4.3.1. Objectifs	66
4.3.2. Rétention du phosphore suivant les conditions testées	67

A) Influence du pH initial	67
B) Influence de la température	69
C) Influence de la granulométrie	72
4.3.3. Vitesses de réaction	74
4.3.4. Mécanismes réactionnels	79
A) Scories IS	79
C) Évolution du Mg, Mn, Na, K, Cu, Pb et Zn au cours des essais à pHi différents	90
D) Conclusions	90
4.3.5. Bilans ioniques	91
4.3.6. Influence de la diminution de volume au cours de l'expérience	92
4.4. Essais en colonnes (solution de Phosphore)	96
4.4.1. Objectifs	96
4.4.2. Performances d'enlèvement du phosphore	96
A) Condition 1: affluent à concentration élevée et fixe en phosphore: 200 mg P/L	96
B) Condition 2: affluent à concentration variable en phosphore	98
4.4.3. Corrélation entre le pH et l'efficacité d'enlèvement du P	99
4.4.4. Capacité d'enlèvement du phosphore par les scories d'aciéries	101
4.4.5. Démontage des colonnes	105
4.4.6. Mécanismes réactionnels d'enlèvement du phosphore	109
A) Suivi du relargage de métaux au cours de l'expérimentation	109
B) Structure et composition de la surface des scories AVANT RÉACTION par microscopie électronique à balayage (MEB)	115
C) Structure et composition de la surface des scories APRÈS RÉACTION par microscopie électronique à balayage	120
D) Conclusions	128
4.5. Pouvoir alcalin des scories	129

CHAPITRE 5:DISCUSSION GÉNÉRALE.....	131
5.1. Intégration des mécanismes	131
5.2. Test d'estimation du potentiel de déphosphatation des scories	138
CHAPITRE 6:CONCLUSION.....	140
RÉFÉRENCES.....	142
ANNEXES	154

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1: Comparaison de la contribution de diverses sources aux charges de phosphore dans les eaux de surfaces et les eaux souterraines au Canada en 1996. (Chambers <i>et al.</i> , 2001).....	11
Tableau 2.2: Constantes d'équilibre de solubilité des phosphates de Fe(III), Al(III), Fe(II) et Ca^{2+} (Stumm et Morgan, 1996)	13
Tableau 2.3: Adsorption (équilibre de formation des complexes de surface) (Schindler et Stumm, 1987).....	21
Tableau 2.4: Rapports massique et molaire typiques pour l'enlèvement du phosphore par l'aluminium dans les eaux usées municipales (U.S. EPA, 1976).....	31
Tableau 2.5: Compositions moyennes des ions métalliques des scories HF, FO et FAE (Euroslag, 2000).....	36
Tableau 2.6: Essais d'adsorption en flacons du phosphore par les scories d'aciérie (solution de P).....	40
Tableau 2.7: Essais d'adsorption en colonnes du phosphore par les scories d'aciérie (solution de P)	40
Tableau 2.7: Essais d'adsorption en colonnes du phosphore par les scories d'aciérie (solution de P)	41
Tableau 2.8: Essais d'adsorption en colonnes du phosphore par les scories d'aciérie (effluents réels).....	41
Tableau 2.8: Essais d'adsorption en colonnes du phosphore par les scories d'aciérie (effluents réels).....	42
Tableau 2.9: Essais pilote d'adsorption du phosphore par les scories d'aciérie (effluent réel)	42

Tableau 3.1: Composition chimique des scories vierges.....	47
Tableau 3.2: Conditions de fonctionnement des colonnes lors du prétest.....	49
Tableau 3.3: Caractéristiques des effluents piscicoles utilisés lors du prétest.....	49
Tableau 3.4: Récapitulatif des conditions opératoires des essais en cuvette	53
Tableau 3.5: Conditions opératoires des essais en colonnes	55
Tableau 3.6: Méthodes analytiques	58
Tableau 4.1: Résultats des tests de lixiviation	60
Tableau 4.2: Constantes de vitesse de réaction (k) et coefficient de régression linéaire (R^2) calculées sur la période des 6 premières heures – Scories IS	76
Tableau 4.3: Constantes de vitesse de réaction (k) et coefficient de régression linéaire (R^2) calculées sur la période des 6 premières heures – Scories D	77
Tableau 4.4: Composition chimique des précipités formés sur la surface des scories	106
Tableau 4.5: Corrélation entre OH^- , Ca et enlèvement du P en solution.....	112
Tableau 5.1: Equations chimiques des divers mécanismes décrits sur la figure 5.2	135
Tableau 5.2: Modèle dynamique de la rétention du P par les scories, adapté du modèle de Maurer et al (1999).....	137

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Production en pisciculture d'eau douce au Québec entre 1980 et 2002 (http://www.agr.gouv.qc.ca/pac/statistiques/aquaculture/stat_tabl_01.html).....	1
Figure 1.2: Système de traitement des effluents piscicoles proposé.....	5
Figure 2.1: Cycle du phosphore (Chambers <i>et al.</i> , 2001).....	8
Figure 2.2: Formes de phosphore analytique dans l'environnement aquatique (Chambers <i>et al.</i> , 2001).....	10
Figure 2.3: pK moyen de H_3PO_4 à 25°C.....	13
Figure 2.4: Solubilités des phosphates de fer, aluminium et calcium. $FePO_4$: strengite, $AlPO_4$: variscite, $CaHPO_4$: dicalcium de phosphate, $Ca_4H(PO_4)_3$: octocalcium de phosphate, $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$: hydroxylapatite et $Ca_{10}(PO_4)_6F_2$: fluoroapatite (Stumm et Morgan, 1996)	14
Figure 2.5: Schéma simplifié de la formation de noyaux et de la croissance des cristaux (Stumm et Morgan, 1996).....	24
Figure 2.6: Modèle de la croissance des cristaux – Théorie BCF (Nielsen, 1964)	26
Figure 2.7: Représentation schématique de la précipitation de surface sur un hydroxyde de fer (Farley <i>et al.</i> , 1985)	27
Figure 2.8: Schéma typique d'une chaîne de traitement physico-chimique (MENV, 2002).....	31
Figure 2.9: Représentation schématique d'un procédé de déphosphatation par boues activées	32
Figure 2.10: Schéma des différents types de scories produites dans les aciéries	35
Figure 3.1: Photographie des scories utilisées.....	45

Figure 3.2: Granulométrie des scories utilisées	46
Figure 3.3: Montage expérimental du prétest en colonnes	50
Figure 3.4: Essais en cuvette	51
Figure 3.5: Montage d'une colonne	54
Figure 3.6: Montage expérimental des essais en colonne (solution artificielle).....	56
Figure 4.1: Enlèvement des o-PO ₄	61
Figure 4.2: Enlèvement du phosphore total	62
Figure 4.3: Capacité d'enlèvement du P	62
Figure 4.4: Filtration de l'affluent	63
Figure 4.5: Dégradation de la matière organique – A: DCO totale; B: DCO soluble.....	64
Figure 4.6: Évolution du pH au cours de l'expérimentation	65
Figure 4.7: Cinétique de l'enlèvement des o-PO ₄ (A et C) et de l'évolution du pH (B et D) suivant le pH initial de la solution	68
Figure 4.8: Evolution de l'enlèvement du P en fonction de la variation du pH - A: scories IS; B: scories D.....	69
Figure 4.9: Évolution de l'enlèvement des o-PO ₄ (A et C) et du pH (B et D) suivant la température de réaction	71
Figure 4.10: Comparaison des deux lots de scories IS sur l'efficacité d'enlèvement du P – A: lots de scories IS différents; B: effet de la température sur le même lot de scories IS.....	72
Figure 4.11: Cinétique de l'enlèvement des o-PO ₄ (A et C) et de l'évolution du pH (B et D) suivant la granulométrie des scories utilisées.....	73
Figure 4.12: Vitesses de réaction des scories IS. A: ordre 1 – B: diffusion parabolique.....	76

Figure 4.13: Vitesse de réaction des scories D. A: ordre 1 – B: diffusion parabolique.....	77
Figure 4.14: Représentation des coefficients de vitesse de réaction de chacun des essais – A: pH; B: Température; C: Granulométrie.....	78
Figure 4.15: Relargage de calcium (scories IS) – A: essais à différents pH; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries	81
Figure 4.16: Relargage de fer (scories IS).....	83
Figure 4.17: Relargage d'aluminium (scories IS) – A: essais à différents pH; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries	85
Figure 4.18: Relargage de calcium (scories D) – A: essais à différents pH; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries	87
Figure 4.19: Relargage de fer (scories D).....	88
Figure 4.20: Relargage d'aluminium (scories D) – A: essais à différents pH; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries	89
Figure 4. 21: Exemple de bilans ioniques sur l'essai à $pH_i=5,2$ avec IS ; extrapolations pour les valeurs des carbonates – A) à 20 min; B) à 10 h; C) à 28 h	92
Figure 4.22: Essai témoin – influence de la diminution de volume au cours du temps sur l'efficacité des scories IS – A et B: essais à différents pH; C et D: essais à différentes températures.....	94
Figure 4.23: Essai témoin – influence de la diminution de volume au cours du temps sur l'efficacité des scories D– A et B: essais à différents pH; C et D: essais à différentes températures.....	95
Figure 4.24: Enlèvement des $o-PO_4$ au cours de l'expérience 1 à concentration d'entrée fixe en P.....	97

Figure 4.25: Enlèvement des o-PO_4 au cours de l'expérience 2 à concentrations variables en P	99
Figure 4.26: Corrélation entre l'efficacité d'enlèvement du P (A) et le pH de l'effluent (B).....	100
Figure 4.27: Enlèvement du P en fonction du pH – A: scories IS; B: scories D.....	101
Figure 4.28: Comparaison de l'efficacité d'enlèvement du P en fonction de la quantité de P ajoutée pour chacun des essais.....	103
Figure 4.29: Quantité de phosphore retenue en fonction du temps – A: concentration variable; B: concentration fixe (Co: concentration en P à l'affluent; C: concentration en P à l'effluent)	104
Figure 4.30: Observation des précipités formés sur les scories juste avant le démontage des colonnes	107
Figure 4.31: Clichés de diffraction par rayons X des précipités - A: scories IS; B: scories D	108
Figure 4.32: Relargage de calcium par les scories.....	111
Figure 4.33: Relargage de magnésium par les scories.....	111
Figure 4.34: Corrélation entre l'enlèvement du P, le pH et le Ca	113
Figure 4.35: Bilans ioniques sur la colonne IS conc. Var. à des périodes différentes (les ions K et carbonates n'ont pas été mesurés) – A: jour 51; B: jour 162; C: jour 455.....	114
Figure 4.36: Observations au MEB scories IS avant réaction. Grossissement: A: x75; B: x500; C: x5000.....	116
Figure 4.37: Analyse par rayons X de la surface des scories IS.....	116
Figure 4.38: Observations au MEB scories D avant réaction. Grossissement: A: x75; B: x1000; C: x1000; D: x5000.....	118

Figure 4.39: Analyse par rayons X de la composition des cristaux observés à la figure 4.38C	119
Figure 4.40: Analyse par rayons X de la composition des pics observés à la figure 4.38C.....	119
Figure 4.41: MEB et rayons X de la surface des scories IS à 200 mgP/L.....	121
Figure 4.42: MEB et rayons X de la surface des scories IS à concentration variable ; C : analyse rayons X des MEB en A et B ; E : analyse rayons X des MEB en D	123
Figure 4.43: MEB (A et C) et analyse rayons X correspondants (B et D) de la surface des scories D à 200 mg P/L.....	125
Figure 4.44: MEB (A et C) et analyse rayons X correspondants (B et D) de la surface D à concentration variable.....	127
Figure 4.45: Pouvoir alcalin des scories (pH=8 ; T=22 °C) – A: durant 30 jours; B: durant les 3 premiers jours.....	130
Figure 5.1: Schéma intégrateur simplifié des mécanismes réactionnels permettant la déphosphatation d'un effluent par les scories d'aciéries (Note: $\text{CO}_{3\text{T}} = \text{H}_2\text{CO}_3 + \text{HCO}_3^- + \text{CO}_3^{2-}$).....	133
Figure 5.2 : Schéma des principaux mécanismes réactionnels intervenant dans la déphosphatation d'un effluent par les scories d'aciéries	134
Figure 5.3: Valeurs témoins pour un prétest sélectif des scories (35g de scories; 700 mL de KH_2PO_4 à 80 mgP/L; 175 rpm; 2h).....	139

LISTE DES SIGLES ET ABBRÉVIATIONS

D	: scories HF de Dofasco
DCO	: demande chimique en oxygène
FAE	: scories de four à arc électrique
FO	: scories de four à oxygène pur
HF	: scories de haut fourneau
IS	: scories de four à arc électrique de Ispat Sidbec
MES	: matière en suspension [ML^{-3}]
MVES	: matières volatiles en suspensions [ML^{-3}]
o- PO_4	: orthophosphates [ML^{-3}]
pH_i	: pH initial
Ptot	: phosphore total [ML^{-3}]
Q	: débit [L^3T^{-1}]
rpm	: rotation par minute
t	: temps [T]

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE 1: Caractérisation des matériaux	155
ANNEXE 2: Fiche technique du pretest en colonne (Effluent réel).....	157
ANNEXE 3: Résultats des essais en batch	160
ANNEXE 4: Résultats des essais en colonne	192
ANNEXE 5: Pouvoir tampon des scories.....	205

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1. Problématique: impacts des activités piscicoles

La production piscicole a progressé de manière importante entre 1980 et 1999, passant de 300 tonnes en 1980 à 2 200 tonnes en 1999. Cependant, celle-ci a subi un ralentissement dans les dernières années (figure 1.1). En 2001, la production aquacole en eau douce, avec ses 157 exploitants dont 151 sont actifs, accusait une baisse d'environ 12 %. Le resserrement des contraintes environnementales envers les piscicultures, principalement dû aux rejets de phosphore dans les cours d'eau, et des faillites ont entraîné la fermeture de plusieurs entreprises de production intensive (Morin, 2002).

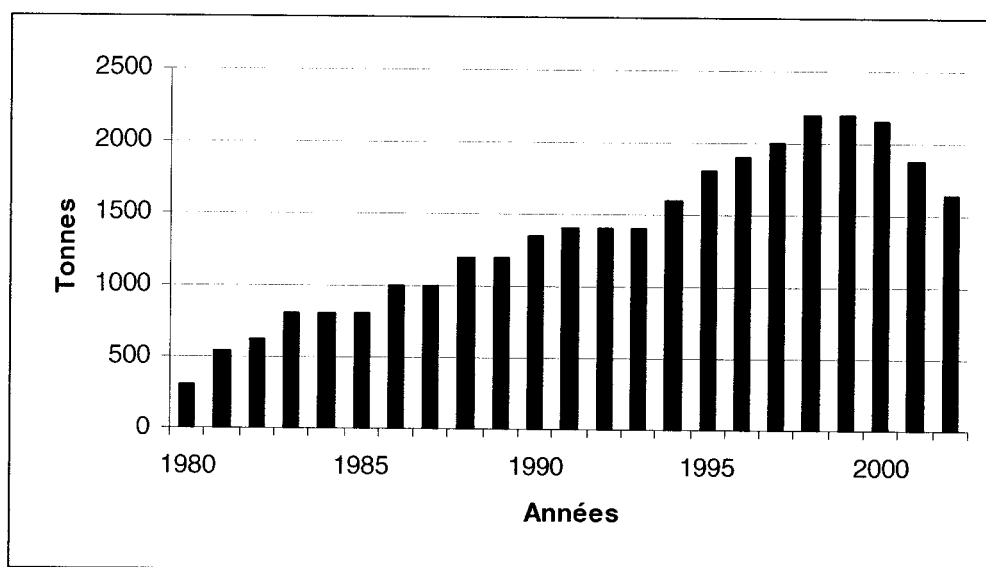


Figure 1.1: Production en pisciculture d'eau douce au Québec entre 1980 et 2002
(http://www.agr.gouv.qc.ca/pac/statistiques/aquaculture/stat_tabl_01.html)

La production piscicole au Québec est dominée par les salmonidés, constitués principalement d'omble de fontaine et de truite arc-en-ciel. En 2001, la production était

évaluée à 1 955 tonnes pour une valeur estimée à 15,9 millions de dollars, dont environ 972 tonnes ont servi à l'ensemencement, alors que le reste répond aux besoins du marché de la table et de la vente par l'intermédiaire des étangs de pêche. (http://www.agr.gouv.qc.ca/pac/publications/documents/dap/coup_oeil_2002/aquaculture_commerciale.html).

Afin de devenir rentables, les pisciculteurs ont dû intensifier leur production, utilisant l'eau au maximum et maintenant des inventaires élevés de poisson. Cette intensification de la pisciculture pourrait entraîner des impacts environnementaux sur le milieu récepteur des effluents, entraînant l'eutrophisation des milieux aquatiques.

Une étude de caractérisation des effluents piscicoles a été réalisée au Québec en 1996 et 1997 (Ouellet, 1998). Les résultats de cette étude démontraient que des stations piscicoles différentes avaient des rejets similaires si elles avaient des charges de poissons équivalentes par rapport à leur débit. Les effluents étaient très dilués et les charges rejetées dans l'environnement étaient assez faibles relativement à d'autres secteurs d'activités. De tous les paramètres analysés, les rejets de phosphore étaient les seuls à amener des dépassements des critères de qualité d'eau du ministère de l'environnement.

Depuis 1996, la mise en application plus stricte de certaines dispositions de la Loi sur la qualité de l'environnement du Québec (L.R.Q. c. Q2) a pour effet de freiner le développement de nouvelles entreprises et l'expansion des entreprises existantes (Société de Recherche et de Développement en Aquaculture Continentale inc. (SORDAC), 2001). A cet égard, le ministère de la recherche, de la science et de la technologie a énoncé: "...la croissance de l'aquaculture québécoise se poursuivra si de nouvelles technologies de traitement et d'utilisation de l'eau sont adoptées... et si les performances biologiques des espèces sont améliorées" (MRST, 2001).

Ainsi, l'imposition du respect des contraintes environnementales, notamment à cause du phosphore et surtout en période estivale (Ouellet, 1999), risque de compromettre l'objectif de développement. Il est donc essentiel de développer et d'optimiser des

technologies de traitement adaptées aux conditions actuelles et futures de la production piscicole qui permettront de respecter les contraintes environnementales tout en permettant à cette industrie de croître dans une perspective de développement durable.

1.2. Caractéristiques des effluents piscicoles

Une pisciculture moyenne produisant 100 tonnes de poissons par an pour le marché de la table, nécessite un apport d'eau pour l'alimentation de ses bassins d'élevage de 10 000 m³/d. Ce fort débit d'eau permet le maintien de la concentration en ammoniac (NH₃) en dessous du seuil de toxicité pour les poissons. Mais cela engendre un effluent 30 fois plus dilué que les effluents municipaux moyennement chargés avec une concentration en P_{tot} de 0,30 mg P/L en été et de 0,16 mg P/L en hiver à la sortie des bassins d'élevage (Ouellet, 1999). Actuellement, le MENV n'exige, à la sortie des bassins d'élevage, que la mise en place d'un bassin de sédimentation ayant un temps de séjour de 2 h, or celui-ci ne permet de diminuer la concentration en P_{tot} rejeté que de 20 % (Ouellet, 1999). Ainsi après traitement par un étang de sédimentation, environ 7 à 8 kg P/tonne de poissons produits est rejeté dans le milieu récepteur.

Malgré la faible concentration en P des rejets piscicoles, les apports massiques restent significatifs dus aux forts débits d'eau utilisés, résultant en un dépassement des critères de qualité environnementale des cours d'eau récepteurs. En effet, au Québec, les rivières et lacs recevant les effluents des étangs de sédimentation doivent respecter des critères de qualité de l'eau établis à 0,02-0,03 mg P/L en P_{tot} après que les eaux se soient mélangées. Au Québec, les cours d'eau récepteurs des effluents piscicoles dépassent le critère de qualité de l'eau pour le phosphore, particulièrement en été (MENV, 2002; Ouellet, 1999).

Un niveau de rejet de l'ordre de 4 kg P/tonne de poissons produits est considéré comme cible à atteindre, soit une diminution de 50 % des rejets actuels en phosphore.

1.3. Technique de traitement proposée

Des bilans de masse ont été réalisés aux piscicultures de St-Damien-de-Buckland (Québec) et de St-Alexis-des-Monts (Québec). Les résultats ont été exprimés sur la base d'un apport annuel de 80 tonnes de moulée contenant 1 000 kg de phosphore. Il a été constaté que le phosphore se retrouve à 75 % dans l'effluent dilué qui constitue plus de 99,9 % du débit, alors que les boues captées des zones et bassins de décantation, qui sont récupérées de façon intermittente (1 à 2 fois par semaine), contiennent 20 % du phosphore restant mais dans seulement 0,1 % du débit (Dutois, 2001). Les boues sont envoyées dans un silo à boues où elles sont minéralisées et le surnageant est retourné à l'étang de sédimentation, retournant une forte proportion (environ 85 %) du phosphore contenu dans les boues. La réduction des rejets en phosphore requiert donc de réduire à la source l'utilisation de phosphore (teneur en P de la moulée et meilleure digestibilité) et d'améliorer les techniques de traitement des effluents.

Etant donné que les concentrations en phosphore dans les effluents piscicoles sont faibles, les techniques habituelles de traitement des effluents industriels et municipaux sont difficilement applicables. L'utilisation de marais artificiels a été proposée afin de diminuer les concentrations en phosphore des effluents puisque c'est une technique de traitement qui s'est avérée, dans des études antérieures, efficace et peu coûteuse. Or, afin d'optimiser les coûts associés à la construction de marais artificiels, les matériaux utilisés devront être peu coûteux, localement disponibles et avoir une capacité de rétention des phosphates aussi élevée que possible (Drizo, 1998; Drizo *et al.*, 1999). C'est pour toutes ces raisons et après avoir testé différents matériaux que les scories d'aciéries ont été retenues (Forget, 2001).

De plus, le traitement de tout l'effluent nécessiterait un volume de matériau granulaire très élevé, de l'ordre de 25 000 m³ en considérant une porosité de 0,45 et un temps de contact de 1 jours, et imposerait des charges hydrauliques élevées à l'entrée des lits. Le traitement de 10 000 m³/d requerrait des surfaces de bassin excessives, de la taille d'un terrain de soccer. Le traitement de tout l'effluent piscicole semble donc peu

envisageable. Le traitement du surnageant des boues récupérées à l'aide d'un silo pourrait être une option vu qu'environ 60 à 80 % du phosphore est rejeté par les poissons sous forme particulaire (Ackefors et Enell, 1994). Le système de traitement proposé est présenté sur la figure ci-dessous (Comeau et Brisson, 2000; Forget, 2001; Ouellet, 1999).

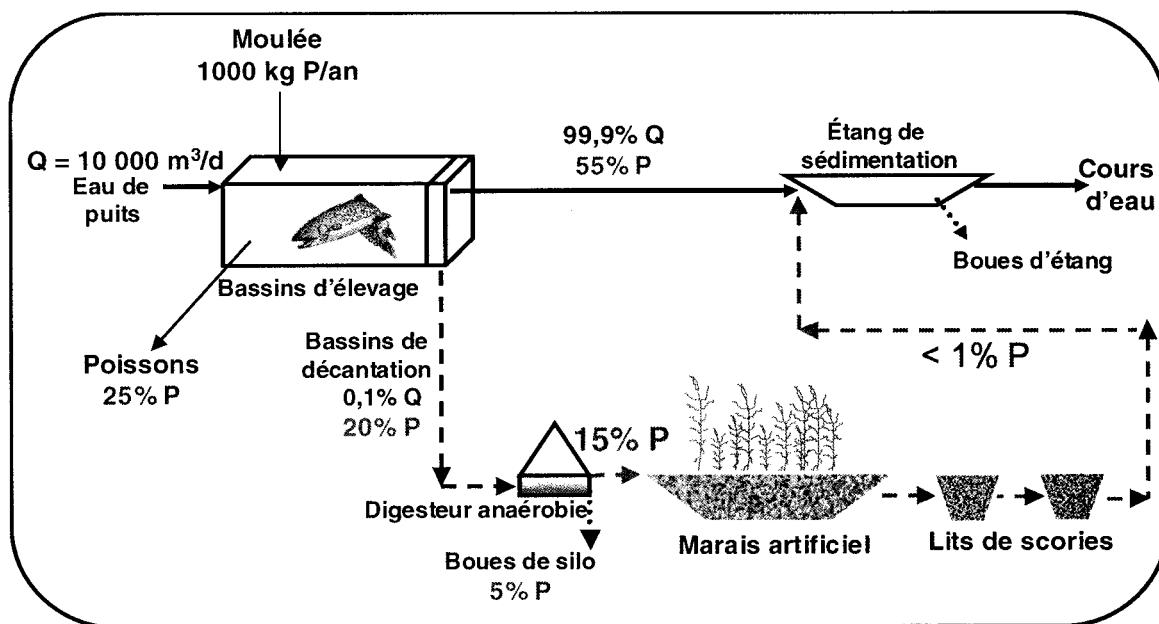


Figure 1.2: Système de traitement des effluents piscicoles proposé

1.4. Hypothèse et objectifs de l'étude

La présente étude s'inscrit dans cette optique et dans la continuité des travaux déjà entrepris afin de déterminer la capacité de rétention du phosphore par les scories d'aciéries. L'hypothèse de cette étude était que les scories FAE et HF avaient le même potentiel de rétention du P, supérieur à 1 mg P/g de scories et que les mécanismes impliqués étaient les mêmes, faisant intervenir le Ca et l'Al.

Un prétest de traitement direct du surnageant de silo sur des colonnes remplies de scories FAE, s'était avéré concluant (Lospied *et al.*, 2001b). Cependant, une meilleure compréhension des mécanismes intervenant lors de la rétention du phosphore et

l'interaction entre les différents composants des scories était nécessaire afin d'optimiser les dimensions à pleine échelle du lit de scories. C'est donc pour cela que nous avons réalisé des essais en cuvette afin d'observer l'influence du pH de la solution, de la température et de la granulométrie des scories sur la rétention du P par les scories d'aciéries. Puis un suivi en continu de l'élimination du phosphore contenu dans un effluent artificiel a été effectué, afin de déterminer les paramètres qui pouvaient influencer une meilleure rétention du phosphore et de déterminer la capacité de rétention maximale des scories d'aciéries. Tous ces essais ont été réalisés sur deux types de scories ayant été préalablement sélectionnées (Soulard, 2001): scories de four à arc électrique de la société Ispat Sidbec située à Contrecoeur (Québec, Canada) et scories de haut fourneau de la société Dofasco située à Hamilton (Ontario, Canada).

CHAPITRE 2

REVUE DE LITTERATURE

2.1. Le phosphore et l'environnement

2.1.1. Présentation du phosphore

A) Chimie du phosphore

Le phosphore est un élément de la colonne n°5 de la classification périodique. Il présente la structure électronique: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$ et peut se figurer $\overline{P}:$ faisant apparaître un doublet non apparié et 3 électrons libres. La covalence normale de P conduit au degré d'oxydation III. L'arrangement est pyramidal, l'hybridation de P étant sp^3 . Le doublet non lié de P peut conduire à des degrés d'oxydation V: $POCl_3$, PO_4^{3-} , PCl_5 . Les dérivés du P sous forme oxydée V sont les plus importants pour les problèmes environnementaux (Martin, 1987).

B) Le phosphore essentiel à la vie

Le phosphore est l'un des six éléments essentiels à la vie, avec le carbone, l'azote, l'hydrogène, l'oxygène et le soufre. Parmi ces six éléments essentiels, le phosphore est le moins abondant dans les eaux douces, ce qui explique qu'il est souvent l'élément limitant dans la production biologique. En milieu marin, on pense que l'azote devient l'élément limitant à cause des pertes importantes vers l'atmosphère par dénitrification et d'un recyclage plus efficace du phosphore dans les estuaires (Benneton, 1984).

Le phosphore est un composant des acides nucléiques (ADN, ARN) et des composés membranaires (phospholipides), qui font intégralement partie du métabolisme de toutes les formes de vie. Dans le poisson, le phosphore se retrouve en majorité dans les os (86 à 88 %); le reste se trouve dans les cellules et les fluides extracellulaires (Association Française pour l'Étude des Eaux, 1975).

C) Cycle du phosphore

Le phosphore ne se retrouve pas à l'état libre dans l'atmosphère, contrairement à l'azote. Il n'existe dans l'environnement que sous une forme réactive, l'orthophosphate PO_4^{3-} (Chambers *et al.*, 2001). Les phosphates sont principalement stockés dans les roches (l'apatite par exemple). La totalité du phosphore présent dans l'atmosphère provient de source terrestre (érosion, dérive des engrais, émission atmosphérique...) (Chambers *et al.*, 2001).

Le schéma suivant représente le cycle du phosphore depuis qu'existent l'industrialisation, l'agriculture intensive et l'exploitation minière des roches phosphorées à des fins de production d'engrais.

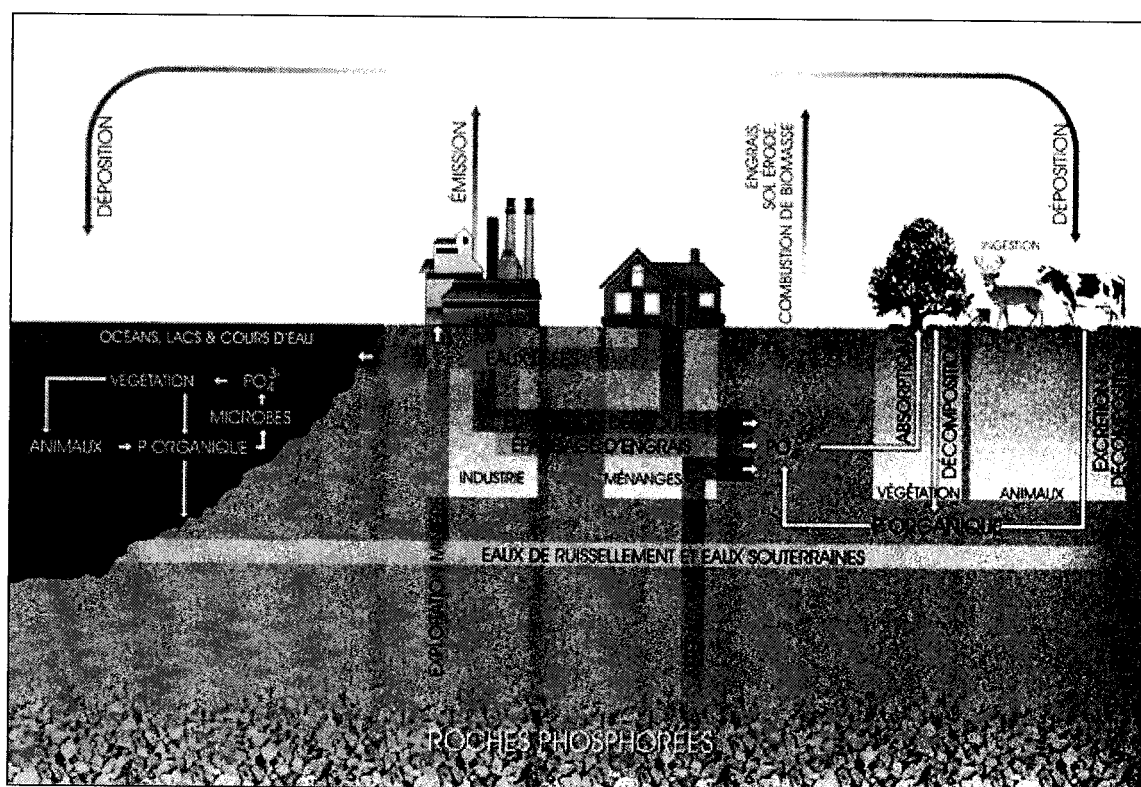


Figure 2.1: Cycle du phosphore (Chambers *et al.*, 2001)

D) Le phosphore dans le milieu aquatique

Le phosphore est rejeté dans le milieu aquatique sous différentes phases particulières ou dissoutes. Les formes particulières incluent le phosphore présent dans les organismes vivants, le phosphore adsorbé sur des complexes inorganiques tels les argiles, les carbonates et les hydroxydes de fer, ainsi que le phosphore adsorbé sur des particules organiques mortes. Le phosphore dissous est composé d'orthophosphates ($H_nPO_4^{(3-n)-}$, n allant de 0 à 3), de polyphosphates qui proviennent souvent des détergents synthétiques, ainsi que de colloïdes organiques. De toutes les formes, le phosphore inorganique soluble sous forme d'orthophosphates est le seul qui peut être assimilé par les organismes autotrophes comme les bactéries, les plantes et les algues (Chambers *et al.*, 2001).

Plus de 90 % du phosphore présent dans les milieux aquatiques se retrouve sous forme organique, et environ 70 % de celui-ci est sous forme particulière. Le phosphore inorganique soluble ne constitue donc qu'une faible partie du phosphore total présent dans les milieux aquatiques. Les orthophosphates sont utilisés très rapidement dans le milieu. Par conséquent, il est difficile et même trompeur de les doser en milieu naturel. La mesure de la concentration du phosphore total est plus indicatrice de l'état trophique du milieu (Association Française pour l'Étude des Eaux, 1975). La figure suivante schématise la mesure des différentes formes de phosphore analytique dans l'environnement aquatique.

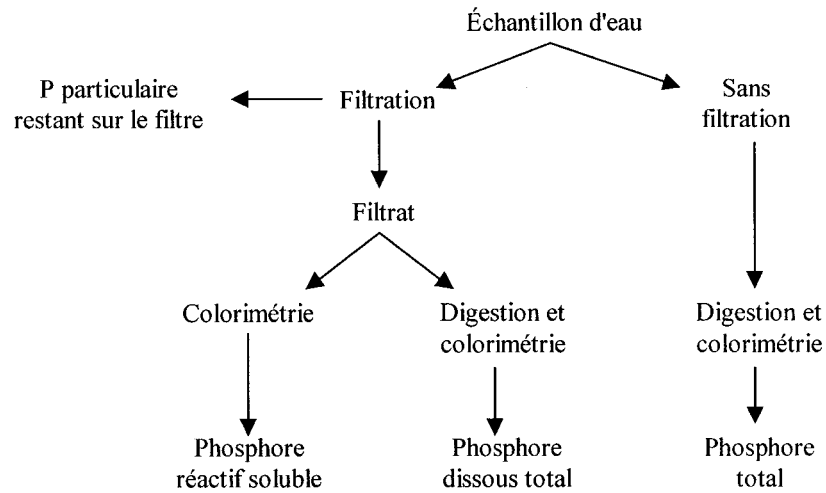


Figure 2.2: Formes de phosphore analytique dans l'environnement aquatique

(Chambers *et al.*, 2001)

Le phosphore que l'on retrouve dans les eaux de surface et les eaux souterraines peut provenir de différentes sources (Chambers *et al.*, 2001). Le tableau suivant permet de comparer la contribution des différentes sources de phosphore au Canada. On peut remarquer que l'aquaculture a été répertoriée comme source contribuant à l'eutrophisation des cours d'eau, des lacs et des eaux souterraines du Canada, mais que sa contribution est minime comparativement à l'agriculture.

Tableau 2.1: Comparaison de la contribution de diverses sources aux charges de phosphore dans les eaux de surfaces et les eaux souterraines au Canada en 1996.

(Chambers *et al.*, 2001)

Source	Provinces atlantiques	Phosphore total (10 ³ tonnes/an)					Territoires	Canada
		Québec	Ontario	Prairies	Colombie- Britannique			
Municipalités								
IMTEU ¹								5,6
Egouts	0,9	2,1	1,0	0,6	1,0	0,01		2,3
Fosses septiques	0,3	0,5	0,6	0,3	0,2	0,01		1,9
Industries	0 ²	0,01 ³	1,0	0,4	0,7	0		2,0
Agriculture (charge résiduelle dans les champs après les récoltes)	10	29	18	-19	13	Sans objet		56
Aquaculture	0,2	0,01	0,04	0,01	0,2	Sans objet		0,5
Retombées atmosphériques dans l'eau								Sans objet

¹IMTEU, installations municipales de traitement des eaux usées

²Données de Terre-Neuve seulement.

³Données concernant uniquement les industries rejetant leurs effluents dans le Saint-Laurent.

NB: Aucune donnée n'est disponible concernant les charges d'origine industrielle au Nouveau-Brunswick, en Nouvelle-Écosse, à l'Île-du-Prince-Édouard et au Québec qui ne rejettent pas leurs effluents dans le Saint-Laurent. Les charges agricoles résiduelles correspondent à l'écart entre les quantités d'azote et de phosphore disponibles pour les cultures sur pied et les quantités éliminées lors des récoltes. On ignore quelle proportion des charges résiduelles finit par atteindre les eaux de surface ou les eaux souterraines.

2.1.2. Problématique du phosphore

Le phosphore contenu dans les eaux usées constitue un nutriment susceptible d'entraîner une croissance excessive d'organismes végétaux (algues, plantes aquatiques) et causer l'eutrophisation du milieu récepteur.

L'eutrophisation est un phénomène naturel et "bénéfique en matière de production aquatique de niveau primaire, ce dont profitent les organismes des niveaux supérieurs de l'échelle alimentaire jusque et y compris les poissons" (Benneton, 1984).

Par abus de langage, actuellement, le terme "eutrophisation" est utilisé pour désigner les changements provoqués, dans un écosystème aquatique, par un excès de matières nutritives organiques et inorganiques (carbone, azote, phosphore), qui se traduit par

l'augmentation de la biomasse, la prolifération des algues et des plantes aquatiques, la diminution de la concentration d'oxygène dissous, l'augmentation de la concentration en ammoniacale et nitrites, et finalement la disparition de certaines espèces de poissons (Benneton, 1984).

Il est connu que le phosphore est un nutriment nécessaire à la croissance de tous les organismes protoplasmiques. Le phosphore représente environ 2 % de leur poids sec. Par conséquent, le phosphore peut être l'élément limitant la croissance des plantes aquatiques photosynthétiques. Il s'agit donc du paramètre qui a le plus d'influence sur l'eutrophisation des milieux récepteurs d'eau douce (Benneton, 1984). La prévention de l'eutrophisation nécessite par conséquent la régulation stricte des flux de phosphore.

2.2. Interactions entre les phosphates et les sols

La littérature que nous avons trouvée concerne essentiellement les mécanismes de fixation du phosphore sur les sols, à l'interface entre le liquide et le solide. Dans les paragraphes suivants nous avons repris l'ensemble des mécanismes qui peuvent entrer en jeu lors du contact entre une solution phosphorée et un sol possédant des capacités de fixation du phosphore. Il s'agit essentiellement de réactions de précipitation et/ou d'adsorption.

2.2.1. Réactions de précipitation des phosphates

Il est nécessaire de connaître les informations concernant la distribution des différentes espèces d'orthophosphates et de phosphates en fonction du pH afin de déterminer la présence de solubilisation, la formation de complexe et les mécanismes de sorption du phosphore dans l'eau (Stumm et Morgan, 1996). H_3PO_4 est un triacide dont les pK moyens sont: $\text{pK}_1 = 2,1$; $\text{pK}_2 = 7,2$; $\text{pK}_3 = 12,3$ (Martin, 1987).

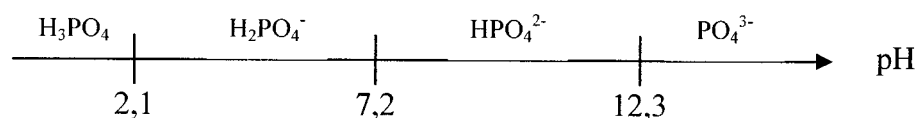


Figure 2.3: pK moyen de H_3PO_4 à 25°C

Les constantes d'équilibre de solubilité des phosphates de Fe(III), Al(III), Fe(II) et Ca^{2+} sont données dans le tableau suivant:

Tableau 2.2: Constantes d'équilibre de solubilité des phosphates de Fe(III), Al(III), Fe(II) et Ca^{2+} (Stumm et Morgan, 1996)

	Log K (25 °C)
$\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}(\text{s})$ (strengite) = $\text{Fe}^{3+} + \text{PO}_4^{3-} + 2\text{H}_2\text{O}$	-26
$\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}(\text{s})$ (variscite) = $\text{Al}^{3+} + \text{PO}_4^{3-} + 2\text{H}_2\text{O}$	-21
$\text{CaHPO}_4(\text{s}) = \text{Ca}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-}$	-6,6
$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3(\text{s}) = 4\text{Ca}^{2+} + 3\text{PO}_4^{3-} + \text{H}^+$	-46,9
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2(\text{s}) = 10\text{Ca}^{2+} + 6\text{PO}_4^{3-} + 2\text{OH}^-$	-114
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{F})_2(\text{s}) = 10\text{Ca}^{2+} + 6\text{PO}_4^{3-} + 2\text{F}^-$	-118
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2(\text{s}) + 6\text{H}_2\text{O} = 4[\text{Ca}_2(\text{HPO}_4)(\text{OH})_2] + 2\text{Ca}^{2+} + 2\text{HPO}_4^{2-}$	-17
$\text{CaHAl}(\text{PO}_4)_2(\text{s}) = \text{Ca}^{2+} + \text{Al}^{3+} + \text{H}^+ + 2\text{HPO}_4^{3-}$	-39
$\text{CaF}_2(\text{s}) = \text{Ca}^{2+} + 2\text{F}^-$	-10,4
$\text{MgNH}_4\text{PO}_4(\text{s}) = \text{Mg}^{2+} + \text{NH}_4^+ + \text{PO}_4^{3-}$	-12,6
$\text{FeNH}_4\text{PO}_4(\text{s}) = \text{Fe}^{2+} + \text{NH}_4^+ + \text{PO}_4^{3-}$	~ -13
$\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_2(\text{s}) = 3\text{Fe}^{2+} + 2\text{PO}_4^{3-}$	~ -32

En utilisant les constantes d'équilibre de solubilité et les constantes d'acidité, Stumm et Morgan (1996) ont déterminé les formes prédominantes des différents précipités de phosphates pouvant se former en fonction du pH et des espèces présentes en solution (Figure 2.4). En milieu acide, la précipitation des phosphates est favorisée par les ions Al et Fe. Lorsque le pH augmente, la proportion des phosphates de fer et d'aluminium diminue alors que celle des phosphates de calcium augmente.

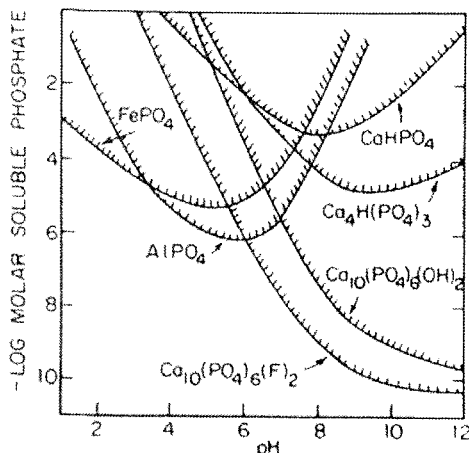


Figure 2.4: Solubilités des phosphates de fer, aluminium et calcium. FePO_4 : strengite, AlPO_4 : variscite, CaHPO_4 : dicalcium de phosphate, $\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3$: octocalcium de phosphate, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$: hydroxylapatite et $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$: fluoroapatite (Stumm et Morgan, 1996)

On se rend compte de la complexité lorsque l'on tente d'appliquer des calculs d'équilibre afin de prédire la concentration en ions lors du contact avec un solide. En effet, le système calcium-phosphate en lui seul est complexe. Le tableau 2.2 ne donne qu'une partie des différents solides pouvant se former. Cependant, l'hydroxyapatite est le composé le plus stable qui peut se former dans les conditions de concentration, de pH et de température des eaux naturelles. Or, ce n'est pas l'hydroxyapatite qui contrôle le taux d'orthophosphates contenu dans les eaux naturelles. En effet, dans toute solution sursaturée, il existe une période d'induction, dite de nucléation, avant la formation des premiers noyaux de précipitation. Puis suite à cette période de nucléation, la formation de précipité amorphe apparaît (Snoeyink et Jenkins, 1980).

Le terme amorphe décrit un solide qui n'a pas de structure cristalline bien organisée et qui est presque toujours plus soluble que le solide cristallin correspondant. Le caractère amorphe des précipités de phosphates de calcium peut expliquer pourquoi les concentrations en phosphore dans les eaux naturelles sont plus élevées que celles prédites à l'équilibre avec le solide cristallin (Snoeyink et Jenkins, 1980).

2.2.2. Réactions à l'interface solide-liquide

A) Adsorption

L'adsorption, qui est une accumulation de matière à l'interface solide-liquide, est la base de la plupart des interactions chimiques de surface (Stumm et Morgan, 1996).

L'adsorption influence:

- la distribution des substances entre la phase aqueuse et les particules de matière, ce qui affecte ainsi leur transport à travers les différents réservoirs terrestres,
- les propriétés électrostatiques des matières en suspension et des colloïdes, ce qui influence alors leur tendance à former des agrégats et à s'attacher (coagulation, sédimentation, filtration),
- la réactivité de la surface en modifiant les espèces présentes en surface et leur structure.

Les atomes, les molécules et les ions exercent des forces les uns sur les autres à l'interface (Stumm et Morgan, 1996), incluant:

- des réactions de complexation de surface (hydrolyse de surface, formation de liaison à la surface avec les métaux et les ligands),
- des interactions électriques de surface,
- des répulsions hydrophobes,
- l'adsorption de surfactants (molécules qui contiennent une fraction hydrophobe).

Le procédé par lequel des substances chimiques deviennent associées à des phases solides est souvent appelé *sorption*, surtout lorsque l'on ne sait pas si l'on a affaire à de l'*adsorption* (sur une matrice bidimensionnelle) ou à de l'*absorption* (sur une matrice tridimensionnelle) (Stumm et Morgan, 1996).

Différents auteurs ont postulé que l'adsorption chimique des orthophosphates et la précipitation étaient basées sur les mêmes mécanismes (Berkheiser *et al.*, 1980; Hsu et Rennie, 1962)

B) Isothermes d'adsorption

L'adsorption est souvent décrite sous forme d'isothermes, décrivant la relation entre la concentration en solution de l'adsorbé et la quantité adsorbée à température constante. Ces isothermes reflètent l'équilibre (Stumm et Morgan, 1996).

Isotherme de Langmuir:

Cette équation a été développée pour représenter l'adsorption des gaz sur une surface uniforme en supposant que ces derniers forment un film monomoléculaire. L'utilisation de cette équation pour représenter l'adsorption dans les systèmes solide-liquide a ensuite été suggérée (Olson et Watanabe, 1957).

$$\frac{C}{S} = \frac{1}{kS_{\max}} + \frac{C}{S_{\max}}$$

avec C: concentration de la solution en phosphates (mgP/L),

S: phosphates adsorbés à la concentration C (mgP/g sol),

S_{\max} : maximum d'adsorption auquel les phosphates forment une monocouche à la surface du solide (mgP/g sol),

k: constante relative à l'énergie de fixation des phosphates à la surface solide (L/mgP).

Isotherme de Freundlich:

L'équation de Langmuir ayant plusieurs limites, certains auteurs utilisent l'équation empirique de Freundlich qui tient compte de l'hétérogénéité de surface en exprimant la distribution exponentielle des sites et de leur énergie.

Cette équation est très commode à utiliser avec des données empiriques, en traçant log S versus log C:

$$S = kC^{1/n}$$

Avec S: quantité de phosphates adsorbés (mg P/g sol),

k: constante (pas nécessairement égale à celle de Langmuir),

C: concentration en phosphates à l'équilibre (mg P/L),

1/n: constante.

Fitter et Sutton (1975) ont utilisé une équation modifiée de celle de Freunlich qui prend en compte les phosphates déjà présents dans le sol. Cette équation a permis de décrire la sorption des phosphates sur 29 sols en Angleterre (Fitter et Sutton, 1975):

$$S+a=bC^k$$

Avec S: quantité de phosphates adsorbés (mgP/g sol),

a: constante corrigeant la concentration des phosphates déjà présents dans le sol (mg P/g sol),

C: concentration en phosphates à l'équilibre (mg P/L),

b et k: constantes.

Isotherme de Temkin:

L'isotherme de Temkin a été utilisée pour décrire l'adsorption du phosphore par des sols (Bache et Williams, 1971):

$$\frac{S}{S_{\max}} = \frac{RT}{b} \ln(AC)$$

Avec R: constante des gaz parfaits (cal mol⁻¹ deg⁻¹),

T: température absolue (K),

A, b: constantes,

S: phosphates adsorbés à la concentration C (mgP/g sol),

S_{max}: maximum d'adsorption pour lequel les phosphates forment une monocouche à la surface du solide (mgP/g sol),

C: concentration en phosphates à l'équilibre (mgP/L).

Les données, exprimées selon Temkin, en traçant S en fonction de $\ln(C)$, ont été reportées comme déviant de la linéarité de la même manière que lors de l'utilisation de l'équation de Langmuir.

C) Corrélation entre les paramètres de sorption des phosphates et les propriétés du sol

Beaucoup d'efforts ont été investis afin de développer une formulation mathématique permettant de corréler les propriétés chimiques et physiques d'un sol avec sa capacité de sorption et de relargage des phosphates. Deux approches ont été retrouvées dans la littérature (Berkheiser *et al.*, 1980):

- le sol peut être divisé entre ses composés organiques et inorganiques et la sorption des phosphates peut être quantifiée pour chaque fraction.
- la sorption-désorption des phosphates peut être quantifiée individuellement pour chaque type de sol. On obtient alors des statistiques corrélant les paramètres de sorption avec les propriétés du sol.

Certains auteurs ont statistiquement trouvé des corrélations entre les propriétés chimiques d'un sol et les paramètres de sorption des phosphates. Les propriétés du sol à prendre en considération se sont avérées être: pH, CaCO_3 , température, distribution granulométrique des particules, la quantité de Fe et d'Al extractibles et la composition en carbone organique (Berkheiser *et al.*, 1980).

Les hydroxydes de Fe et Al constituant les sols ont été rapportés comme jouant un rôle important dans la sorption du phosphore dans les sols (Ballard et Fiskett, 1974). Cependant, seulement une fraction "active" de Fe et Al présents dans le solide semble participer à la sorption du phosphore (Berkheiser *et al.*, 1980).

D) Paramètres influençant la mesure de la sorption des phosphates

Différentes études ont été réalisées et ont montré que différents facteurs peuvent affecter les résultats expérimentaux lors de la mesure de la sorption du phosphore (Berkheiser *et al.*, 1980):

- Température: les études en laboratoires doivent être réalisées à température constante durant toute la durée de l'expérimentation,
- pH: le pH d'un sol influence énormément la réactivité chimique des constituants de ce sol, la quantité de phosphate adsorbée diminue lorsque le pH de la solution augmente dû à une diminution de la quantité de Al échangeable,
- Électrolyte: la présence de sels peut influencer dans certains cas l'adsorption des phosphates,
- Temps: des études cinétiques ont montré que l'adsorption des phosphates se faisait en deux étapes de réaction: une première rapide et une deuxième beaucoup plus lente durant plusieurs semaines ou mois. Le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre dépend de la constitution du sol et de la nature de sa surface.
- Aération: les gaz de l'atmosphère peuvent influencer directement ou indirectement la chimie de la solution et par conséquent l'adsorption des phosphates. Le CO₂ influençant directement l'équilibre acido-basique de la solution et toutes les réactions sensibles à l'activité des H⁺. L'O₂ peut indirectement influencer l'adsorption des phosphates en altérant les caractéristiques d'oxydation de la surface du sol et de la solution.
- Concentration en phosphates: les échelles de concentration en P sont très variables dépendamment des études. Les faibles concentrations ont tendance à refléter la concentration en phosphate dans les couches limites, alors que les fortes concentrations peuvent simuler ce qui se passe dans les microsites des matériaux fertilisants.

- Ratio solide/solution: bien que les ratios solide/liquide se soient avérés influencer l'adsorption des phosphates, une grande disparité a été observée dans les études antérieures.
- Addition préalable de phosphates: certaines études ont montré que l'addition préalable de phosphates entraînait une diminution de la capacité d'adsorption du sol en venant occuper les sites réactionnels et en les bloquant pour les réactions futures.

E) Hydroxydes de surface

Les oxydes, notamment ceux de Si, Al et Fe, sont des composants abondants de la croûte terrestre. Par conséquent, de nombreux sols et sédiments contiennent de tels oxydes ou hydroxydes. En présence d'eau, la surface de ces oxydes est généralement couverte avec des groupes hydroxyles de surface (Stumm et Morgan, 1996).

Il existe différents types d'hydroxyles de surface qui peuvent être formés, qui ne sont pas complètement structurés ni chimiquement équivalents. Cependant, afin de faciliter la représentation schématique des réactions et de l'équilibre, on considère la réaction chimique d'un groupe hydroxyle, S-OH (Stumm et Morgan, 1996).

Dans le tableau suivant, sont repris les plus importants équilibres d'adsorption (formation d'un complexe de surface). Les critères suivants sont caractéristiques de tous les modèles de complexation de surface (Dzombak et Morel, 1990):

- la sorption prend place à des sites spécifiques de coordination de surface,
- les réactions de sorption peuvent être décrites par des équations de bilan de masse,
- la charge de surface résulte de la réaction de sorption elle-même (formation de complexe de surface),
- l'effet de charge de surface sur la sorption peut être pris en compte en appliquant un facteur de correction, dérivé de la théorie de la double-couche électrique, aux constantes du bilan de masse pour les réactions de surface.

Tableau 2.3: Adsorption (équilibre de formation des complexes de surface) (Schindler et Stumm, 1987)

<u>Equilibre acido-basique</u> $S-OH + H^+ \leftrightarrow S-OH_2^+$ $S-OH + OH^- \leftrightarrow S-O^- + (H_2O)$
<u>Liaison métallique</u> $S-OH + M^{z+} \leftrightarrow S-OM^{(z-1)+} + H^+$ $2S-OH + M^{z+} \leftrightarrow (S-O)_2M^{(z-2)+} + 2H^+$ $S-OH + M^{z+} + H_2O \leftrightarrow S-OMOH^{(z-2)+} + 2H^+$
<u>Échange de ligand</u> $S-OH + L^- \leftrightarrow S-L + OH^-$ $2S-OH + L^- \leftrightarrow S_2-L^+ + 2OH^-$
<u>Formation d'un complexe de surface</u> $S-OH + L^- + M^{z+} \leftrightarrow S-L-M^{z+} + OH^-$ $S-OH + L^- + M^{z+} \leftrightarrow S-OM-L^{(z-2)+} + H^+$

NB: S = site d'adsorption de surface

M = métal

L = ligand

2.2.3. Cinétique de l'interface solide-liquide

A) Cinétique de l'adsorption

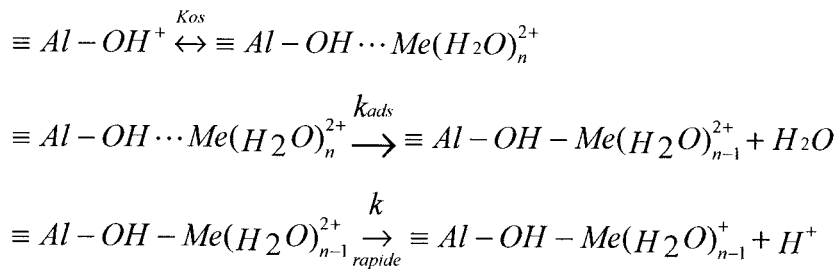
Le transfert d'un adsorbant sur la couche d'adsorption se fait en plusieurs étapes incluant, le transport jusqu'à la surface par convection et/ou la diffusion moléculaire et l'accrochage sur la surface. Ce dernier peut inclure différentes étapes comme la formation d'un lien, la déshydratation, la diffusion de surface, et des procédés

d'association des constituants adsorbés. De même, la désorption consiste en différentes étapes (Stumm et Morgan, 1996).

Dans la suite, nous ne nous sommes intéressés qu'au transfert à l'interface de la substance adsorbée depuis la solution jusqu'à la couche d'adsorption (adsorption intrinsèque), qui est l'étape qui nous intéresse.

- adsorption d'ions métalliques sur une surface hydroxyde

La cinétique de l'adsorption d'ions métalliques à la surface des minéraux oxydés a été étudiée par Hachiya *et al.* (1984) et Hayes et Leckie (1986). Les résultats obtenus pour l'adsorption reposent sur les mêmes mécanismes que la formation de complexes homogènes (Al = aluminium; Me = métal):



K_{os} étant la constante de formation du complexe de surface "outer-sphere" et k_{ads} , la constante du taux d'adsorption intrinsèque à la charge de surface 0.

Nous ne rentrerons pas dans les détails des calculs des constantes qui n'ont pas d'intérêt pour notre étude.

- adsorption d'anion

Le même mécanisme que précédemment peut être postulé pour la cinétique des échanges de ligands, où le ligand remplace une molécule d'eau liée à l'ion métallique (acide de Lewis). Les constantes d'échange peuvent être déterminées (Stumm et Morgan, 1996).

- équation de Elovich

Cette équation a été utilisée, essentiellement dans l'étude des sols, afin de décrire la cinétique d'adsorption et de désorption sur les sols et les minéraux des sols (Stumm et Morgan, 1996):

$$\frac{d\Gamma}{dt} = k_1 \exp(-k_2 \Gamma)$$

où: $\Gamma(t)$ est la concentration en adsorbant à la surface (mol m^{-2}) au temps t .

La solution de cette équation est (Sposito, 1994):

$$\Gamma(t) = \frac{1}{k_2} \ln(k_1 k_2 t_0) + \frac{1}{k_2} \ln\left(1 + \frac{t}{t_0}\right) \quad (t \geq t_c)$$

Avec:

$$t_0 = \frac{\exp(k_2 \Gamma_c)}{k_1 k_2} - t_c \quad (t_c \geq 0)$$

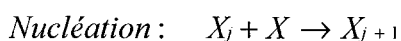
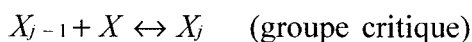
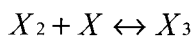
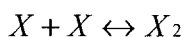
Γ_c est la valeur de Γ au temps t_c , temps à partir duquel le taux de sorption peut être écrit par la première équation.

B) Formation de noyaux et de précipités

Etapes de la nucléation et de la croissance des cristaux

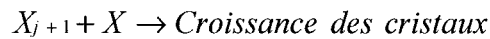
Plusieurs étapes sont nécessaires à la formation d'une phase solide à partir d'une solution sursaturée (figure 2.5). On distingue en général trois étapes (Stumm et Morgan, 1996):

- l'interaction entre les ions ou les molécules entraîne la formation d'un groupe ou noyau critique:



La nucléation correspond à la formation de nouveaux centres à partir desquels une croissance spontanée peut se produire. Le procédé de nucléation détermine la taille et la distribution des cristaux produits.

- Puis, d'autre matériau est déposé sur ces noyaux et des cristallites se forment:



- Des cristaux plus grands peuvent éventuellement se former à partir des cristallites, suivant un procédé appelé "maturation".

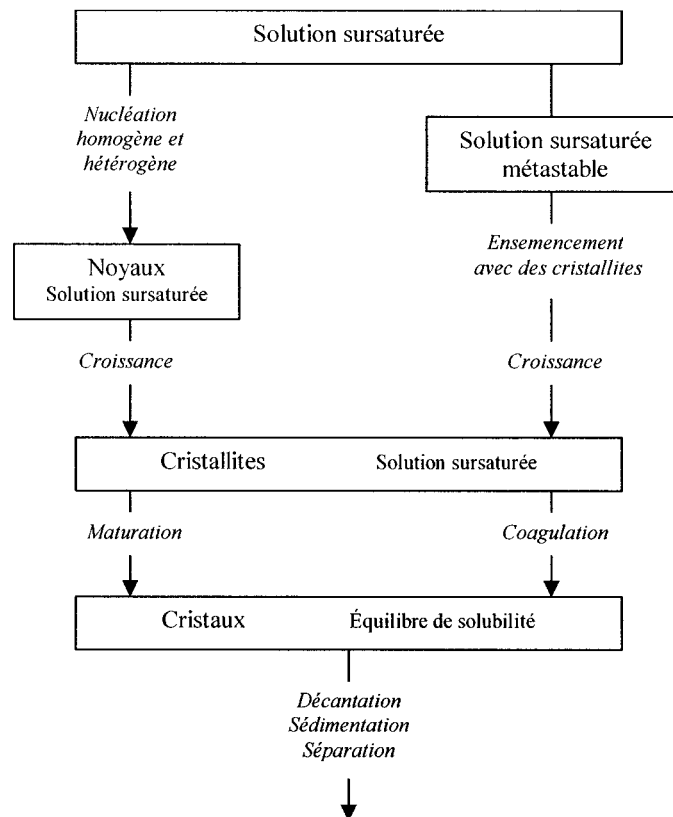


Figure 2.5: Schéma simplifié de la formation de noyaux et de la croissance des cristaux (Stumm et Morgan, 1996)

La nucléation hétérogène (lorsque l'énergie de formation prend en compte trois interactions: noyau-eau, noyau-substrat, substrat-eau) est, dans la plupart des cas, la formation prédominante des cristaux dans les eaux naturelles, car elle nécessite un degré

de saturation moins important que la nucléation homogène (lorsque l'énergie de formation ne fait intervenir que l'interaction noyau-eau).

Règle d'Ostwald ou la loi des étapes

Cette loi postule que le précipité avec la plus grande solubilité (c'est-à-dire la phase solide la moins stable) va se former en premier dans une réaction de précipitation. La formation de minéraux via des précurseurs et des intermédiaires peut être expliquée par la cinétique des procédés de nucléation. La précipitation apparaît parce que la nucléation d'une phase plus stable est cinétiquement favorisée par rapport à une phase moins soluble. En effet, la phase la plus soluble a une tension interfaciale solide-solution plus faible que la phase la moins soluble. Ce qui veut dire que la solution sursaturée va nucléer en premier la phase la moins stable (souvent une phase solide amorphe) parce que sa vitesse de nucléation est plus grande que celle de la phase la plus stable (Stumm et Morgan, 1996).

Une fois que ce précurseur (une phase amorphe) précipite et fait diminuer la sursaturation de la solution, la phase la plus stable précipite à son tour en utilisant le précurseur comme substrat pour sa propre précipitation. La précipitation des phosphates de calcium repose sur ce principe, où un précurseur métastable de phosphate de calcium est nucléé puis est ensuite remplacé par de l'apatite (Nancollas, 1989; Steefel et Van Cappellen, 1990).

Croissance des cristaux

La théorie classique sur la croissance des cristaux a été exprimée par Burton, Cabrera et Frank (BCF) en 1951. La théorie BCF présente une image physique de l'interface solide-liquide (figure 2.6), où aux nœuds situés à la surface, au niveau d'une dislocation d'affleurement, les constituants de cristaux adsorbés sont incorporés au réseau grandissant (Burton *et al.*, 1951).

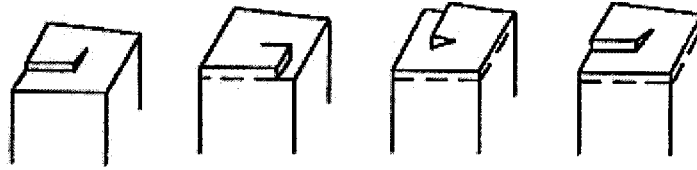


Figure 2.6: Modèle de la croissance des cristaux – Théorie BCF (Nielsen, 1964)

Précipitation de surface

Lors d'une précipitation de surface, les cations (ou anions), qui sont adsorbés à la surface d'un minéral, peuvent former un précipité de cation (anion) avec les ions constituant le minéral sur la couverture de surface (Stumm et Morgan, 1996). Le modèle de la figure 2.7 a été suggéré par Farley et al (1985), montrant schématiquement la précipitation de surface d'un cation Me^{2+} sur un hydroxyde ferrique. Ce modèle prévoit un continuum entre la formation d'un complexe de surface (a) et une précipitation de surface d'un ion sorbé (b). En d'autres mots, pendant que le cation est complexé à la surface, un nouvel hydroxyde de surface se forme. Dans ce modèle, les cations à l'interface solide(oxyde)-liquide sont traités comme des espèces de surface, pendant que ceux qui ne sont pas en contact avec la phase liquide sont traités comme des espèces solides formant une "solution solide". A une faible concentration de cations sorbés, la complexation de surface est le mécanisme dominant. Lorsque la concentration sorbée augmente, la concentration du complexe de surface et la fraction de précipitation de surface augmentent simultanément jusqu'à ce que les sites de surface deviennent saturés. Alors la précipitation de surface devient le mécanisme dominant (incorporation d'ions métalliques) (Farley *et al.*, 1985).

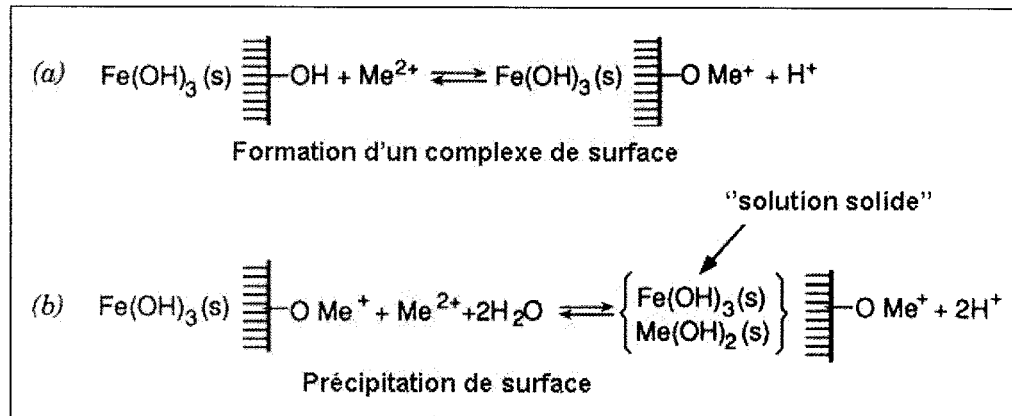


Figure 2.7: Représentation schématique de la précipitation de surface sur un hydroxyde de fer (Farley *et al.*, 1985)

2.2.4. Cinétique de la sorption des phosphates

Afin de décrire la relation entre la sorption-désorption des phosphates par les sols et le temps, la plupart des auteurs ont utilisé les expressions couramment utilisées avec les solutions. Cependant ces extrapolations présentent certains problèmes. En effet, les concentrations utilisées dans les expressions cinétiques impliquent que toutes les molécules ou ions des réactifs sont capables de réagir. Or, dans un système solide-liquide, seuls les atomes ou ions présents à la surface, et non ceux à l'intérieur de la particule, sont capables de réagir. Par conséquent, un facteur décrivant la concentration des sites réactifs de surface devrait être inclus dans de telles expressions (Berkheiser *et al.*, 1980).

Les expressions, dérivant de schémas simples de réactions, semblent décrire le phénomène de la sorption des phosphates plus que les mécanismes de sorption des phosphates. En général, il n'est pas possible de décrire les mécanismes de réaction à partir de cinétiques de réaction. Cependant, il semblerait que la présence de certaines espèces et leur forme cristalline, le temps et la température soient les conditions qui influencent le plus la sorption-désorption des phosphates (Berkheiser *et al.*, 1980).

A) Cinétique d'ordre 1

Certains modèles développés, notamment "the Agricultural Runoff Management" (ARM) (Donigan *et al.*, 1977), supposent que toutes les réactions faisant intervenir les phosphates sont d'ordre 1:

$$\ln([P]) = \ln([P_0]) - k_1 t$$

avec P qui est la quantité de substance apparaissant en solution au temps t, P_0 la quantité de substance en solution au temps initial et k_1 la constante de vitesse de réaction.

B) Loi de diffusion parabolique

La loi de diffusion parabolique (Laidler, 1965) s'écrit:

$$P = R\sqrt{t} + b$$

avec P qui est la quantité de substance apparaissant en solution au temps t, R est une mesure de la diffusion et b est une constante.

Aucune corrélation entre R, b et les paramètres chimiques des sols n'a été reportée.

C) Expression de Kuo et Lotse

La dépendance avec le temps de l'adsorption des phosphates par le CaCO_3 et le Ca-kaolinite a été étudiée par Kuo et Lotse (1972). L'expression de base qu'ils ont obtenu dérive du modèle d'adsorption de Langmuir (Kuo et Lotse, 1972):

$$\frac{dx}{dt} = k_1(C_0 - x)(M - x) - k_{-1}x$$

avec x qui est la quantité de phosphates adsorbée par le sol, C_0 , la concentration initiale en phosphate, M, la quantité de phosphates requis pour former une monocouche à la surface du sol, k_1 et k_{-1} sont les constantes des réactions de sorption et de désorption, respectivement.

Par intégration, on obtient:

$$\ln\left(\frac{x - A - B}{x - A + B}\right) = 2A k_1 t + \ln\left(\frac{B + A}{B - A}\right)$$

avec:

$$A = \left[\frac{1}{4} \left(C_0 + M + \frac{k_{-1}}{k_1} \right)^2 - C_0 M \right]^{1/2}$$

et:

$$B = \frac{1}{2} \left(C_0 + M + \frac{k_{-1}}{k_1} \right)$$

Dans l'ensemble des expressions que nous avons retrouvées dans la littérature, seul un paramètre est pris en considération:

- soit la température (isotherme)
- soit le temps (cinétique)

2.2.5. Conclusions sur les expressions de fixation du phosphore sur un sol

Aucune expression trouvée dans la littérature n'a fait intervenir le pH ou les propriétés physico-chimiques du sol, alors que ceux-ci sont considérés comme des paramètres importants de la sorption des phosphates (Stumm et Morgan, 1996; Berkheiser *et al.*, 1980). De plus, pour chaque type de sol, il existe une expression qui est mieux adaptée qu'une autre. Chaque sol est un cas particulier pour la fixation du phosphore, ce qui fait qu'aucune expression ne semble pouvoir être généralisée à l'ensemble des sols.

2.3. Méthodes de déphosphatation des eaux usées

Les méthodes conventionnelles d'enlèvement du phosphore des eaux usées sont essentiellement basées sur la précipitation chimique ou l'adsorption biologique. Des procédés physiques existent, qui permettent un enlèvement plus ou moins important du phosphore, notamment particulaire, comme la filtration, la sédimentation, le tambour rotatif, les membranes de filtration, etc.

Les phosphates sont utilisés comme nutriment par les organismes dans les procédés de traitement biologique des effluents. On utilise aussi leur capacité de formation de sels de calcium solubles dans les procédés industriels d'adoucissement de l'eau, afin de prévenir la formation de carbonate de calcium CaCO_3 (Snoeyink et Jenkins, 1980).

2.3.1. Déphosphatation chimique

La déphosphatation chimique est une adaptation du traitement dit physico-chimique des eaux usées. Le procédé principal de traitement est basé sur le principe de la coagulation chimique des eaux usées suivi d'une séparation des solides par décantation.

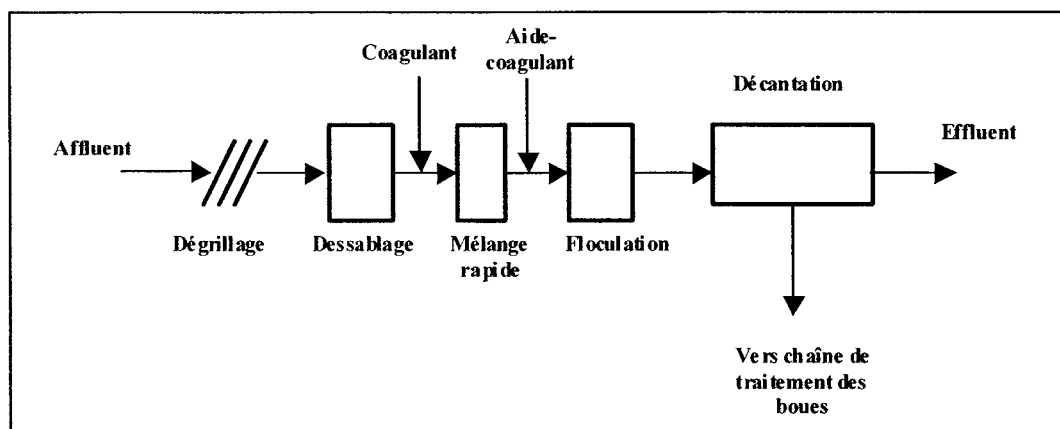


Figure 2.8: Schéma typique d'une chaîne de traitement physico-chimique (MENV, 2002)

Le dosage de produits chimiques est déterminé en fonction du rendement visé en phosphore. Les coagulants les plus couramment utilisés sont des sels de fer ou d'aluminium, notamment l'alun, le chlorure ferrique et le sulfate ferreux. Le dosage requis en produits chimiques ne peut être déterminé à partir uniquement de calculs théoriques. Des essais en laboratoire doivent être réalisés directement sur les eaux usées à traiter, afin de prendre en compte les réactions secondaires pouvant avoir lieu (MENV, 2002).

A titre indicatif, l'ordre de grandeur du rapport Al/P, correspondant à divers pourcentages d'enlèvement du phosphore apparaissant dans la littérature, est présenté dans le tableau 2.4:

Tableau 2.4: Rapports massique et molaire typiques pour l'enlèvement du phosphore par l'aluminium dans les eaux usées municipales (U.S. EPA, 1976)

Rapport molaire Al:P	Rapport massique Al:P	Pourcentage d'enlèvement de phosphore
1,38:1	1,2:1	75%
1,72:1	1,5:1	85%
2,3:1	2,0:1	95%

2.3.2. Déphosphatation biologique

Les connaissances sur les mécanismes de déphosphatation biologique ont beaucoup progressé au cours des dernières décennies. La plupart des procédés de déphosphatation biologique (PhoStrip, Bardenpho, Phorédox, RBS, UCT et autres) sont basés sur un traitement par culture en suspensions ou boues activées. La complexité des procédés provient de la nécessité de maintenir des conditions propices au développement de bactéries déphosphatantes. Ils nécessitent aussi une gestion appropriée des boues afin de prévenir le relargage et le retour du phosphore dans la chaîne liquide (MENV, 2002).

Le procédé est basé sur le fait que certaines bactéries, lorsqu'elles sont soumises à une période de stress causée par des conditions anaérobies, peuvent augmenter significativement leur capacité de stockage des phosphates durant une seconde période aérobie moins stressante (Metcalf and Eddy, 1991)

La schéma suivant représente les étapes minimales nécessaires à un procédé de boues activées.

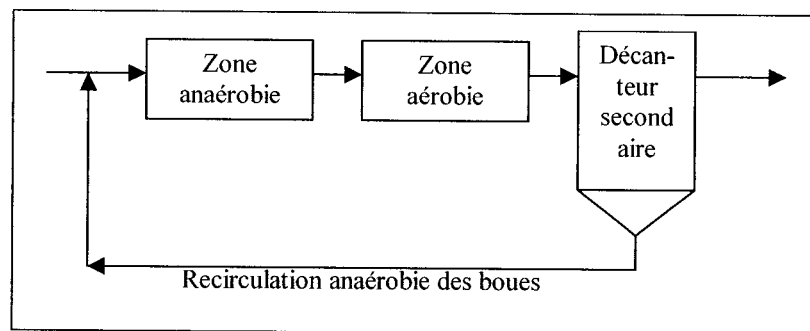


Figure 2.9: Représentation schématique d'un procédé de déphosphatation par boues activées

2.3.3. Applicabilité aux rejets piscicoles

Plusieurs études ont été réalisées sur la faisabilité technico-économique d'utiliser des procédés physiques, chimiques ou biologiques qui sont typiquement utilisés pour traiter

les eaux usées municipales ou industrielles, dans le cas du traitement des rejets piscicoles (Morse *et al.*, 1998; Hansen et Filion, 1993; Ouellet, 1999).

En effet, les matières décantables et particulaires peuvent être efficacement sédimentées dans chaque bassin d'élevage (et régulièrement évacuées) ou microtamisées. Cependant, il est difficile de traiter économiquement l'effluent dilué qui contient de fines particules et des matières dissoutes (dont les orthophosphates). Quant à la déphosphatation biologique, bien que celle-ci présente des avantages intéressants sur le plan environnemental (peu ou pas d'ajout de produits chimiques, production de boues moindre), elle est difficilement envisageable dans le cas du traitement des effluents piscicoles de par les coûts d'exploitation et la main d'œuvre qualifiée nécessaire (MENV, 2002).

À titre d'exemple, le procédé Actiflo qui est utilisé pour la production d'eau potable, le traitement de surverse d'orages ou d'eaux usées, coûterait, pour une pisciculture ayant un débit de 10 000 m³/d, 600 000\$ en capitalisation et 20 000\$/an en coûts d'exploitation ([JMI, 2002 #104]), un coût inabordable pour les piscicultures.

C'est pour cela que les recherches se sont orientées vers l'utilisation de systèmes plus passifs et écologiques tels que les marais artificiels.

2.3.4. Déphosphatation par marais artificiels et lits filtrants

Les marais artificiels sont utilisés pour le traitement des eaux usées depuis plusieurs siècles. Bien que les observations montrent une amélioration significative de la qualité des eaux usées due à l'utilisation de marais naturels comme système de traitement, la performance de ces systèmes reste peu connue (Brix, 1993; Vymazal *et al.*, 1998). Les marais artificiels sont conçus de façon à bénéficier des processus retrouvés dans les marais naturels tout en permettant un meilleur contrôle des paramètres du système de traitement.

Dans les marais artificiel, le phosphore est enlevé par une combinaison de processus physiques, chimiques et biologiques, tels la sédimentation, la précipitation, l'adsorption au substrat, l'absorption par les plantes et les transformations microbiennes.

L'intérêt de l'utilisation des marais artificiels réside dans les faibles coûts de construction et le faible besoin en énergie. De plus, le système peut être entretenu par des personnes inexpérimentées et est plus flexible que les systèmes conventionnels (Brix, 1993). Cependant, les marais artificiels nécessitent l'utilisation d'une grande surface comparativement aux systèmes conventionnels et leur performance peut diminuer au cours des mois d'hiver notamment dans les régions froides et tempérées (Brix, 1993).

Un tel système a été envisagé pour l'élimination des nutriments et des matières en suspension contenus dans le surnageant de silos (Comeau et Brisson, 2000; Forget, 2001; Lospied *et al.*, 2001b; Ouellet, 1999).

Le matériau qui semble le plus prometteur à utiliser comme substrat d'adsorption des phosphates ou comme lit adsorbant est les scories d'aciéries. Des études ont montré que les scories d'aciéries, de par leurs propriétés physico-chimiques, avaient une capacité de rétention des phosphates inorganiques très importantes (Comeau et Brisson, 2000; Forget, 2001; Lospied *et al.*, 2001b). De plus, leur utilisation se ferait à moindre coût vu qu'il s'agit d'un résidu industriel.

2.4. Les scories d'aciéries

2.4.1. Origine et composition des scories d'aciéries

L'ASMT ("American Society for Testing Materials") définit les scories d'aciéries comme "un produit non métallique, constitué essentiellement de silicates de calcium et de ferrites associés par fusion à des oxydes de fer, de manganèse, de calcium et de magnésium". Cette définition est valable pour tous les types de scories provenant des différents types d'usine de fabrication de l'acier.

Deux types principaux de scories sont fabriqués dans l'industrie de l'acier: les scories d'acier et les scories de haut fourneau ("Blast Furnace Slag", HF).

Les scories sont un mélange de fer et de résidus inertes du procédé de fabrication de l'acier. Le fer ne peut pas être produit dans un haut fourneau sans la production de son co-produit, les scories de haut-fourneau. De même, l'acier ne peut être produit dans un four à oxygène pur (FO) ou dans un four à arc électrique (FAE) sans la fabrication de son co-produit, les scories d'acier. Différents types de scories sont produits dépendamment du type d'usine dans lesquels elles sont produites (usine intégrée ou usine à four électrique). La production des scories peut se schématiser ainsi:

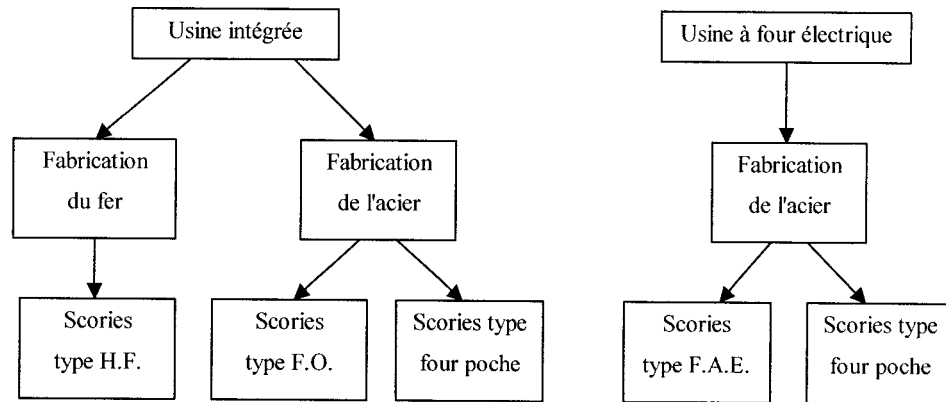


Figure 2.10: Schéma des différents types de scories produites dans les aciéries

Les scories d'acier sont composées des scories F.O. ("four à oxygène pur") et F.A.E. ("four à arc électrique"). Les caractéristiques de ces deux types de scories diffèrent des scories de type H.F. (haut fourneau), plus légères et plus riches en fer. Les scories de four poche contiennent généralement une proportion importante de chaux (CaO), et ne constituent pas des matériaux intéressants dans notre cas, du fait de leurs caractéristiques chimiques et de leur propriétés physiques (particules fines, absence d'agréats solides).

Le tableau suivant reprend les valeurs moyennes des ions métalliques qui composent les trois principaux types de scories. Cependant, il faut noter que les propriétés diffèrent

grandement entre les différents types de scories, mais aussi au sein d'une même catégorie. Ces variations sont essentiellement dues au procédé de fabrication, au type de matériaux primaires utilisés, aux conditions de fabrication, au type de refroidissement...

Tableau 2.5: Compositions moyennes des ions métalliques des scories HF, FO et FAE (Euroslag, 2000)

% masse	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	S	FeO	MnO	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	TiO ₂	CaO libre
FAE	30-40	10-20	< 10	< 10	< 0,25	15-35	< 10	< 2	< 2	~0	< 1.5
HF	39-42	33-39	9-13	6-9	1,2-1,4	~0	0,1-0,5	~0	~0	0,4-0,3	~0
BOF	42-52	9-13	0,5-3	1-8	~0,25	15-35	3-10	1,5-4,0	< 2	~0	3-13

Les scories sont produites sur tous les continents. La production mondiale approche les 350 Mt/an dont 190 Mt/an de scories HF. Les principaux producteurs de scories sont la Chine (58 Mt/an de scories HF) et l'Europe (57 Mt/an de scories HF). Les États-Unis produisent environ 21 millions de tonnes par an. La production de scories par tonne d'acier produit diminue chaque année en raison des progrès technologiques, elle est d'environ 260 à 270 kg/T (Euroslag, 2000; Proctor *et al.*, 2000).

Au Canada, il existe 17 usines qui effectuent la fusion et la coulée de l'acier. Quatre producteurs d'acier se trouvent au Québec, ces usines étant à four électrique: Ivaco inc., QIT-Fer, Titane Inc., Ispat Sidbec Inc. et Aciers inoxydables Atlas. La production moyenne de scories d'aciérie et de scories HF est d'environ 12 millions de tonnes par an au Canada, dont environ 300 000 tonnes/an au Québec (Piché, 2003).

2.4.2. Applications environnementales des scories

A) Valorisation des scories

Agrégats et matériaux de construction

Durant les dernières années, beaucoup d'efforts ont été mis sur la valorisation des scories. Actuellement, la principale voie de valorisation est la fabrication d'agréats ajoutés dans le bitume ou pour la construction de routes (National Slag Association, 2003).

En jouant sur les temps de refroidissement et sur les réactifs introduits, les producteurs d'acier ont mis au point des procédés permettant la fabrication de scories dures et de structure cubique telles que demandées pour la valorisation dans la construction des routes.

De plus, les scories contiennent une grande quantité d'oxyde de calcium et de magnésium, leur composition est donc proche de celle des réactifs ajoutés pour la fabrication du ciment. Elles peuvent aussi être utilisées comme matériaux de remblais pour divers projets de construction, notamment sur les aires même des usines lors des projets d'extension.

Utilisations agricoles

Certaines scories peuvent être utilisées comme amendement calcique en raison de leur teneur élevée en chaux, mais aussi de leur granulométrie qui améliore la perméabilité des sols. Cependant cette utilisation est limitée car les clients craignent que les drains se colmatent à la suite de réactions chimiques (formation de carbonate de calcium) (Proctor *et al.*, 2000).

Traitement des eaux usées

Des études ont été réalisées sur l'utilisation des scories d'acier pour traiter des effluents municipaux, domestiques ou industriels afin de diminuer la teneur en ammoniacque, en

matières en suspension ou en phosphore. Les paragraphes suivants développent en détail les essais qui ont été réalisés à ce jour et que nous avons retrouvés dans la littérature.

B) Risques pour la santé et l'environnement

Afin d'évaluer le danger pour l'homme et l'environnement que peut engendrer l'utilisation des scories d'aciérie, les industries nord-américaines se sont associées pour réaliser une étude scientifique. Cette étude a permis de tester 73 échantillons de scories en provenance de 58 producteurs d'acier sur le continent nord-américain (11 échantillons de type HF, 17 de type FO et 45 de type FAE). Des tests de lixiviation à pH neutre et acide ont été réalisés et les résultats des constantes de dissolution obtenues ont été comparées avec les valeurs des constantes de dissolution données par l'agence américaine de protection de l'environnement (United States Environmental Protection Agency; U.S. E.P.A). Les résultats montrent qu'il n'y a pas de risque de relargage de métaux et que les scories pourraient ne pas être classées dans la catégorie américaine des déchets dangereux comme c'est le cas actuellement (Proctor *et al.*, 2000).

Selon ce rapport, ces scories ne présentent pas de danger pour l'homme et l'environnement. De plus, des tests de lixiviation réguliers sont réalisés par les producteurs de scories eux-même.

2.5. Déphosphatation des eaux usées par les scories d'aciéries

Dans les paragraphes suivants, nous avons repris l'ensemble des études qui ont été réalisées afin de déterminer le potentiel de déphosphatation des scories d'aciéries.

Les essais qui ont été réalisés par différents chercheurs ont souvent consisté à des essais en flacons et/ou à des essais en colonnes.

Les essais en flacons sont utilisés pour déterminer les relations existant entre la concentration en phosphore de la solution, la capacité d'adsorption des sols et les paramètres influençant cette relation. Ces essais sont en général rapides, compris entre

24 h et 48 h. Les essais en colonnes ont quant à eux une durée beaucoup plus longue, dépendante du type et de la quantité de matériau, de sa granulométrie, du débit d'alimentation et de la concentration de l'effluent.

Peu de publications ont été réalisées sur les essais d'adsorption par les scories. De plus, les méthodologies adoptées par les auteurs différent, ce qui rend les résultats difficilement comparables (Forget, 2001).

Dans les tableaux suivants, nous avons repris les conditions opératoires ainsi que les principaux résultats obtenus par les différents auteurs. Nous avons différencié les essais en flacons des essais en colonne car les objectifs et les résultats sont différents. Cependant, on remarque que les auteurs ont souvent réalisé les deux types d'essais.

Tableau 2.6: Essais d'adsorption en flacons du phosphore par les scories d'aciérie (solution de P)

Référence	Type de scorie	Méthodologie	Résultats
Yamada <i>et al.</i> , 1986	HF 0,63-2 mm	0,02 g de scories dans 25 mL de solution de P (0 à 400 mg P/L), 2 h, mélange avec barreau magnétique	0,034 g P/kg de scorie à 20°C pour [P]=8 mg P/L Maximum d'adsorption à pH=7-8, Meilleure efficacité à température > 22°C Présence NaCl diminue efficacité des scories Adsorption du P sur hydroxydes de calcium
Mann, 1997	HF et scories d'acier	20 g dans 40 mL de solution de P (5, 10, 20, 100 mg P/L), 30 h, 150 rpm, 25°C	P adsorbé varie avec le temps de contact et la concentration initiale en P, 0,018 à 0,022 g P/kg de scories, Meilleure description de la sorption par isotherme de Freundlich
Sakadevan et Bavor, 1998	HF et scorie d'acier	3 g de scories dans 30 mL de solution de P (0,2 à 8000 mgP/L), 48 h, 100 rpm, 25°C	Meilleure description de la sorption par isotherme de Freundlich que Langmuir 1,43 g P/kg scories d'acier 44,23 g P/kg de HF P adsorbé expliqué par la combinaison avec Al et Fe extractables
Johansson, 1998	Scories amorphes et cristallines 0-0,125mm et 0,25-4 mm	1 g dans 50 mL de solution de P (5 à 25 mgP/L), 20 h, centrifugeuse, 21°C	Cristallines plus efficaces, maximum de 1 g P ads/kg scories Efficacité des 0-0,125 mm > 0,25-4 mm
Yan <i>et al.</i> , 2000	EAF, 0-0,16 mm	40 g dans 200 mL, 4000 à 6000 h, ajout de HNO ₃ 1M pour maintenir le pH constant, agitation barreau magnétique	Capacité de neutralisation dépend du pH à atteindre
Forget, 2001	55 matériaux dont EAF 0,63-1,25 mm	35g dans 700 mL de solution de P (0 à 1000 mg P/L), 24h, 175 rpm, 22°C	Serpentine et scories EAF retenues Coefficient Rd de 320 mL/g
Soulard, 2001	6 types de scories (1 FO, 2 HF, 3 FAE)	35 g dans 700 mL, 80 mgP/L, 24 h, 175 rpm, 22°C	100% efficacité avec concentration < 80 mgP/L pour scories EAF (Ispat Sidbec) et HF (Dofasco) Enlèvement P dépend de la surface d'échange, de la température et du pouvoir tampon de l'effluent Rétention maximale de 1,65 g P/kg scories
Biquillon <i>et al.</i> , 2002	EAF et HF 0,63-1,25 mm	35 g de 0,63-1,25 mm dans 700 mL, 40 à 80 mgP/L, 175 rpm, 24 à 32h, 22°C Effluent artificiel et réel (porcin et bovin)	Scories EAF plus efficaces que BF Enlèvement > 90% pour o-PO4 avec EAF en 24 h Lixiviat de fumier (270-340 mgP/L): 4,2 g P ads/kg scories

Tableau 2.7: Essais d'adsorption en colonnes du phosphore par les scories d'aciérie (solution de P)

Référence	Type de scorie	Méthodologie	Résultats
Effluent artificiel			
Lee <i>et al.</i> , 1996	HF	Diamètre: 9 cm Hauteur de média: 1 cm [P] = 5 à 50 mg P/L vitesse: 10 à 60 cm/d	Méilleure description de la sorption par isotherme de Freundlich Equilibre atteint plus rapidement à forte [P]
Mann, 1997	HF et scories d'acier, > 5mm	Diamètre: 15 cm Hauteur de média: 2,5 cm, 100 g de matériau [P] = 10mg P/L Q= 15,3 kL/d, TRH = 6 h, 25°C	HF: 0,09 g P ads/kg de scorie Scorie d'acier: 0,076 g P ads/kg de scorie
Johansson, 1999a	Scories cristalline Scories amorphes, Scories+sable 0,25-4 mm 0 à 0,125 mm	Diamètre: 30 cm Hauteur de média: 50 cm, [P] = 10 mg P/L, pH=7, Alimentation intermittente: 0,6 L / 2 h Q=0,3 L/h, durée: 13 mois Écoulement gravitaire vers le bas	100% efficacité pendant tout le temps de l'expérience avec les scories seulement, scories+sables: diminution efficacité (60%) scories amorphes plus efficaces que cristallines HF: 1,25 g P ads/kg scories
Forget, 2001	EAF 5-10 mm Mélange scories+calcaire	Diamètre: 20 cm Hauteur de média: 50 cm [P] = 20 à 400 mgP/L Temps de séjour: 24 h, Q = 1-2 cm ³ /d Durée: 120 jours Écoulement saturé vers le bas	Scories: 100% efficacité avec 20 mg P/L pdt 140 jours proche de 100% avec 400 mg P/L de 150 à 200 jours 2,3 g Pads/kg scories Scories+ calcaire: 100% avec 20 mg P/L 60% avec 400 mg P/L 2,0 g P ads/kg scories
Drizo <i>et al.</i> , 2002	EAF 5-10 mm	h=15 cm, d=10 cm, 4 mois à 350-400 mg P/L, temps séjour=8h, Q = 1,73 L/d Écoulement saturé vers le bas Régénération des sites d'adsorption pendant une période de 4 semaines, puis réalimentation dans les mêmes conditions	Saturation des colonnes après 17 semaines Avant régénération: 1,35 g P ads/kg scories Après régénération: 2,35 g P ads/kg scories

Tableau 2.8: Essais d'adsorption en colonnes du phosphore par les scories d'aciérie (effluents réels)

Référence	Type de scorie	Méthodologie	Effluent réel	Résultats
Lospied <i>et al.</i> , 2001b	EAF 2,5-10 mm	h=32 cm, d=10 cm effluent piscicole à 14 mg P/L Temps séjour = 6 h à 2 jours Q = 4,2 à 0,3 L/d, Durée: 35 jours Ecoulement saturé du bas vers le haut		> 95% efficacité saturation non atteinte pas de colmatage Agglomération des scories (précipitation) 0,38 g P ads/kg scories
Biquillon <i>et al.</i> , 2002	EAF 5-10 mm	h=32 cm, d=10 cm lixiviât de fumier de bœuf et FLR (lisier de porc microtamisé et biotraité), Temps séjour de 6 h à 24 h, Q = 1-2 L/d, Durée: 45 jours, Alimentation du bas vers le haut		Efficacité meilleure pour débit faible FLR enlèvement: 1 g P/kg Bovin enlèvement: 0,65 g P/kg

Tableau 2.9: Essais pilote d'adsorption du phosphore par les scories d'aciérie (effluent réel)

Référence	Type de scorie	Méthodologie	Résultats
Duncan <i>et al.</i> , 2002	Scories d'acier 10-20 mm	Traitement tertiaire: Filtration des eaux usées à travers des lits horizontaux de scories L=131 m; l=20 m, S=2312 m ²	Diminution de la concentration moyenne en phosphore dissous: de 9,8 mg P/L (effluent) à 1,9 mg P/L (effluent) Après 6 ans, diminution de la capacité d'adsorption des lits de scories
Naylor <i>et al.</i> , 2003	FAE dans un mélange de calcaire et de gravier	Dispositif expérimental composé de 6 traitements constitués de différentes combinaisons de substrats (scories d'acier, calcaire, granite, tourbe de sphaigne) plantés ou non de deux espèces de macrophytes (<i>Typha latifolia</i> et <i>Phragmites communis</i>) 20 bassins pilotes de 280 L (1 m ²) alimentés par des effluents piscicoles reconstitués (2,69 mg P/L) Période de 10 mois d'établissement allouée aux plantes Période de 4 mois de suivi TRHv = 4 jours, V = 0,03 m/d	Enlèvement de 86% du Prot par tous les traitements sauf scories+calcaire (38%) pH élevé toxique pour les macrophytes Ne pas combiner les scories d'acier et les macrophytes dans une seule et même étape: - 1 ^{ère} étape: bassin planté avec un granite neutre pour un établissement rapide et optimal des végétaux - 2 ^{ème} étape: bassin non planté uniquement rempli de substrat adsorbant à pH élevé pour l'enlèvement du phosphore

Les résultats obtenus sont difficilement comparables et ne permettent pas de prédire les capacités d'enlèvement en phosphore d'un type de scories. L'allure des isothermes d'enlèvement du phosphore par divers matériaux dépend des conditions expérimentales, ce qui fait que les résultats de la littérature ne peuvent être comparés (Forget, 2001).

Cependant, tous les auteurs s'accordent à dire que les capacités d'enlèvement du P par les scories d'aciéries sont supérieures à celles de plusieurs matériaux.

En regardant les divers résultats, on se rend compte que l'adsorption du phosphore dépend essentiellement du type de scorie, de sa composition, du pH de l'effluent, de la granulométrie utilisée et du temps de contact entre l'effluent et les scories.

Tous les résultats réalisés avec un effluent réel ou peu chargé en matière organique et en MES montrent que l'efficacité des scories est proche de 100 % (Biquillon *et al.*, 2002; Lospied *et al.*, 2001b; Soulard, 2001).

Les scories entraînent une élévation de pH qui est bénéfique car elle favorise la formation d'hydroxylapatite. Cependant, le pH doit être neutralisé avant le rejet de l'effluent dans un cours d'eau.

Les mesures des métaux dans les effluents n'ont pas montré de relargage de métaux lourds néfastes pour l'environnement. De plus, des études ont déjà montré la possibilité d'adsorption de certains métaux par les scories d'aciérie (Curkovic *et al.*, 2001; Dimitrova, 1996; Gupta, 1998; Lopez-Delgado *et al.*, 1998)

CHAPITRE 3

MATÉRIELS ET MÉTHODES

Le présent chapitre a pour objectif de reprendre l'ensemble de la méthodologie qui a été suivie pour chacune des expériences.

3.1. Scories utilisées

3.1.1. Description des scories

Nos essais ont été réalisés avec deux types de scories:

- les scories FAE de la société Ispat Sidbec située à Contrecoeur (Québec) (IS),
- les scories HF de la société Dofasco située à Hamilton (Ontario) (D).

Ces scories ont été retenues suite aux essais réalisés par Soulard (2001): sur 6 scories testées, ces deux scories se sont révélées les plus efficaces. Elles proviennent de deux procédés différents de fabrication de l'acier: haut fourneau et four à arc électrique.

La particularité du procédé de fabrication de l'acier de la société Ispat Sidbec est que celui-ci est fabriqué dans un four à arc électrique à partir de minerai de fer (environ 75 %) et de ferraille (environ 25 %). La société Ispat Sidbec est la seule au Canada à utiliser ce procédé (Piché, communication personnelle, 2003). Le procédé permet d'obtenir des scories cristallines. La densité de ces scories est comprise entre 2,92 et 3,17 g/cm³, selon la granulométrie (Heckett Multiservice, 1989).

Les scories HF, quant à elles, proviennent d'un procédé innovateur d'agglomération de particules. A la sortie du four, les granules sont projetées en l'air avec ajout d'eau permettant un refroidissement rapide. Ce procédé permet d'obtenir des scories vitreuses de forme arrondie. La densité des scories HF est comprise entre 0,9 g/cm³ et 1,1 g/cm³ dépendamment de la granulométrie (<http://www.slag.com/pelletizing.html>).

A la sortie du four, les scories FAE et HF sont concassées à la granulométrie souhaitée puis stockées à l'air libre où elles sont arrosées avec de l'eau. Ce procédé permet d'hydrater les scories afin que leur expansion devienne stable; cela est nécessaire pour pouvoir les utiliser comme matériau d'agrégat (Piché, 2003).

La photographie ci-dessous montre les deux scories que nous avons utilisées:

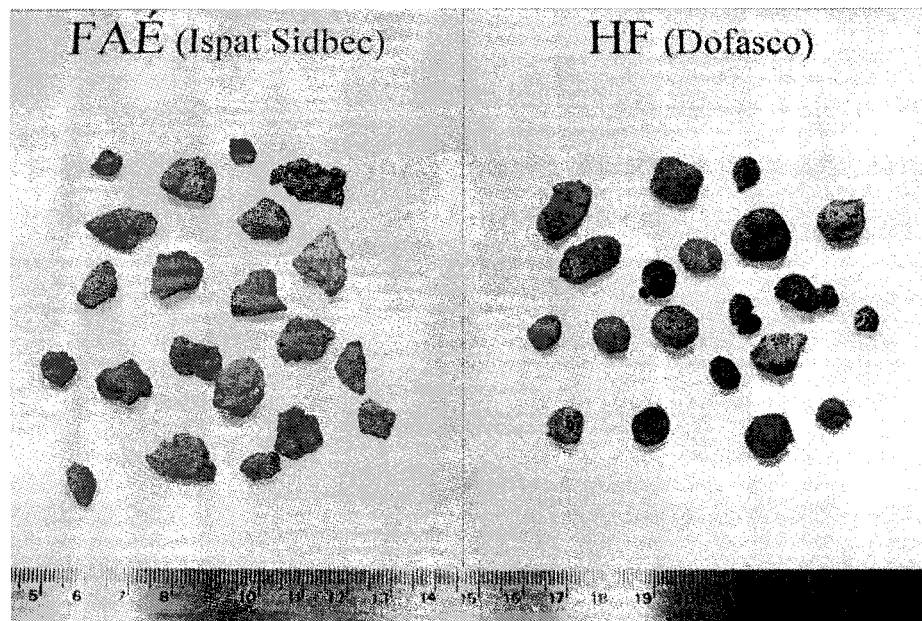


Figure 3.1: Photographie des scories utilisées

3.1.2. Granulométrie des scories

La figure ci-dessous représente la courbe granulométrique des scories que nous avons utilisées juste après leur réception au laboratoire. Avant chaque essai, les scories étaient tamisées afin d'obtenir la granulométrie souhaitée (0,63-1,25 mm pour les essais en flacons, 2,5-10 mm pour les essais en colonnes) puis elles étaient lavées rapidement à l'eau distillée, afin d'éliminer le plus possible les fines particules qui auraient pu faire colmater les colonnes ou fausser les résultats et enfin elles étaient séchées à l'air libre.

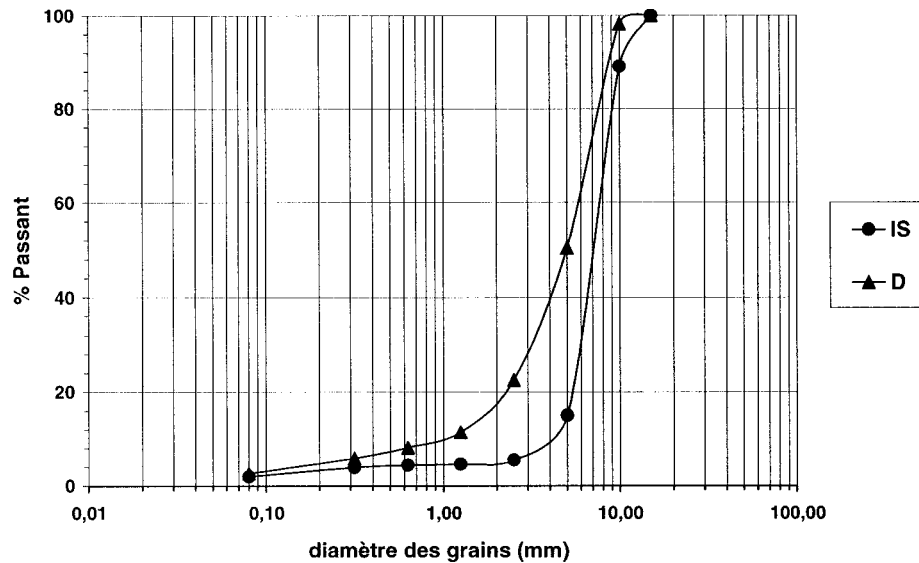


Figure 3.2: Granulométrie des scories utilisées

3.1.3. Composition chimique

La mesure de la composition chimique des scories a été effectuée par fluorescence X au laboratoire de l'entreprise Dofasco. Il s'agit d'une émission secondaire de rayons X, caractéristique des éléments atomiques qui composent l'échantillon. Elle permet l'analyse quantitative des principaux composants des scories: CaO, FeO, SiO₂, MgO, MnO, Al₂O₃.

La composition chimique des échantillons vierges avant expérimentation est répertoriée dans le tableau 3.1. Ces mesures ont été réalisées en triplicata sur les échantillons de scories qui ont été utilisées pour l'ensemble des expérimentations, de granulométries 2,5-10 mm, lavées à l'eau distillée et séchées à l'air libre à température ambiante. A noter que Soulard (2001) a montré qu'après séparation granulométrique et lavage à l'eau distillée, les scories gardaient la même composition chimique.

Tableau 3.1: Composition chimique des scories vierges

Scories	Composition exprimée en %												V- Ratio*	Total(%)
	FeO	MnO	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Na ₂ O	TiO ₂	S	K ₂ O	V ₂ O ₅		
IS	34,0	2,51	31,8	14,5	10,01	5,11	0,30	0,00	0,89	0,07	0,01		2,19	99,1
D	0,74	0,94	37,1	34,1	9,5	12,9		0,29	0,62	1,32	0,42	0,01	1,09	97,8

* V-Ratio = %CaO/%SiO₂

Les différences les plus importantes dans la composition des scories ont été grisées:

- les IS contiennent beaucoup plus de fer sous forme FeO que les D (34 % contre 0,7 %)
- les D ont une proportion double de silice sous forme SiO₂ par rapport aux IS (34 % contre 15 %)
- les D contiennent deux fois plus d'aluminium que les IS (13 % contre 5 %).
- pour les autres éléments, la composition est semblable.

Ces différences ont été observées lors de la comparaison de scories provenant du même type de procédé de fabrication. En effet, les scories de type HF ont quasiment toutes les mêmes propriétés, et il en est de même pour les scories de type FAE (Soulard, 2001).

3.1.4. Test de lixiviation

Afin de nous assurer qu'aucun problème environnemental ne viendrait interdire le rejet dans les cours d'eau d'un effluent piscicole qui aurait été traité avec ces scories d'aciéries, nous avons réalisé un test de lixiviation sur les scories IS et D, pour différentes granulométries. Le protocole suivi était le MA.100 – Lix.2.0 du MENV (Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2002). Ces essais ont été réalisés par moi-même, dans les laboratoires de Polytechnique, qui ne sont pas agréés par le MENV. Ces essais n'avaient pour objectif que de s'assurer de la viabilité du projet.

Ces tests devront être réalisés par un laboratoire agréé lors de toute utilisation à grande échelle de ces scories dans une pisciculture.

3.2. Protocoles expérimentaux

3.2.1. Prétest en colonnes (effluent réel)

Ce prétest a été réalisé lors de mon projet de fin d'étude pour l'obtention de mon diplôme d'ingénieur (Lospied *et al.*, 2001b). Ce prétest est présenté ici car il a permis de montrer que les scories étaient très efficaces même avec une solution réelle et a permis d'orienter les travaux de ma maîtrise. Celui-ci ne doit donc pas être pris en compte pour l'obtention de mon diplôme de maîtrise.

Le protocole expérimental a consisté à faire passer l'effluent piscicole (surnageant de silo à boue) à travers 4 colonnes verticales (hauteur de 33 cm, diamètre de 10 cm) remplies de scories d'acier IS, les colonnes se trouvant en milieu saturé, l'alimentation se faisant par le bas de la colonne (la composition de la colonne sera détaillée dans le paragraphe 3.2.3). Les débits passant à travers les colonnes étaient de 0,4, 1, 2 ou 4 L/d d'effluent correspondant à des TRHv (temps de rétention hydraulique des vides) respectifs d'environ 98 h, 24 h, 12 h et 6 h.

Le tableau suivant reprend les caractéristiques principales de chacune des colonnes:

Tableau 3.2: Conditions de fonctionnement des colonnes lors du prétest

Numéro de la colonne	Fonctionnement de la pompe	Poids de scories (kg)	Volume des vides (L)	Porosité (=Vol vides / vol total)	Débit (L/d)	Temps de rétention hydraulique des vides (h)
1	19 min sur 60 min	4,87	1,20	0,48	4,2	7
2	19 min sur 60 min	4,94	1,26	0,50	1,8	17
3	11 min sur 60 min	4,89	1,24	0,49	1,1	27
4	11 min sur 60 min	4,82	1,23	0,49	0,3	98

Les caractéristiques des deux effluents piscicoles qui ont été utilisés lors des essais étaient les suivantes:

Tableau 3.3: Caractéristiques des effluents piscicoles utilisés lors du prétest

	Effluent 1 (mg/L)	Effluent 2 (mg/L)
DCO totale	417	305
MES	100	128
MVES	98	120
Ptot	16,5	10,7
o-PO ₄	14,3	9,7

Un suivi a été réalisé sur les DCO totale, DCO soluble, MES, MVES, Ptot, o-PO₄, pH et dureté. Quelques résultats seront présentés ici. Pour plus d'information, le lecteur pourra se référer au rapport de stage et à la fiche technique qui ont été rédigés suite aux résultats obtenus (Lospied *et al.*, 2001a; Lospied *et al.*, 2001b). La fiche technique se trouve en annexe.

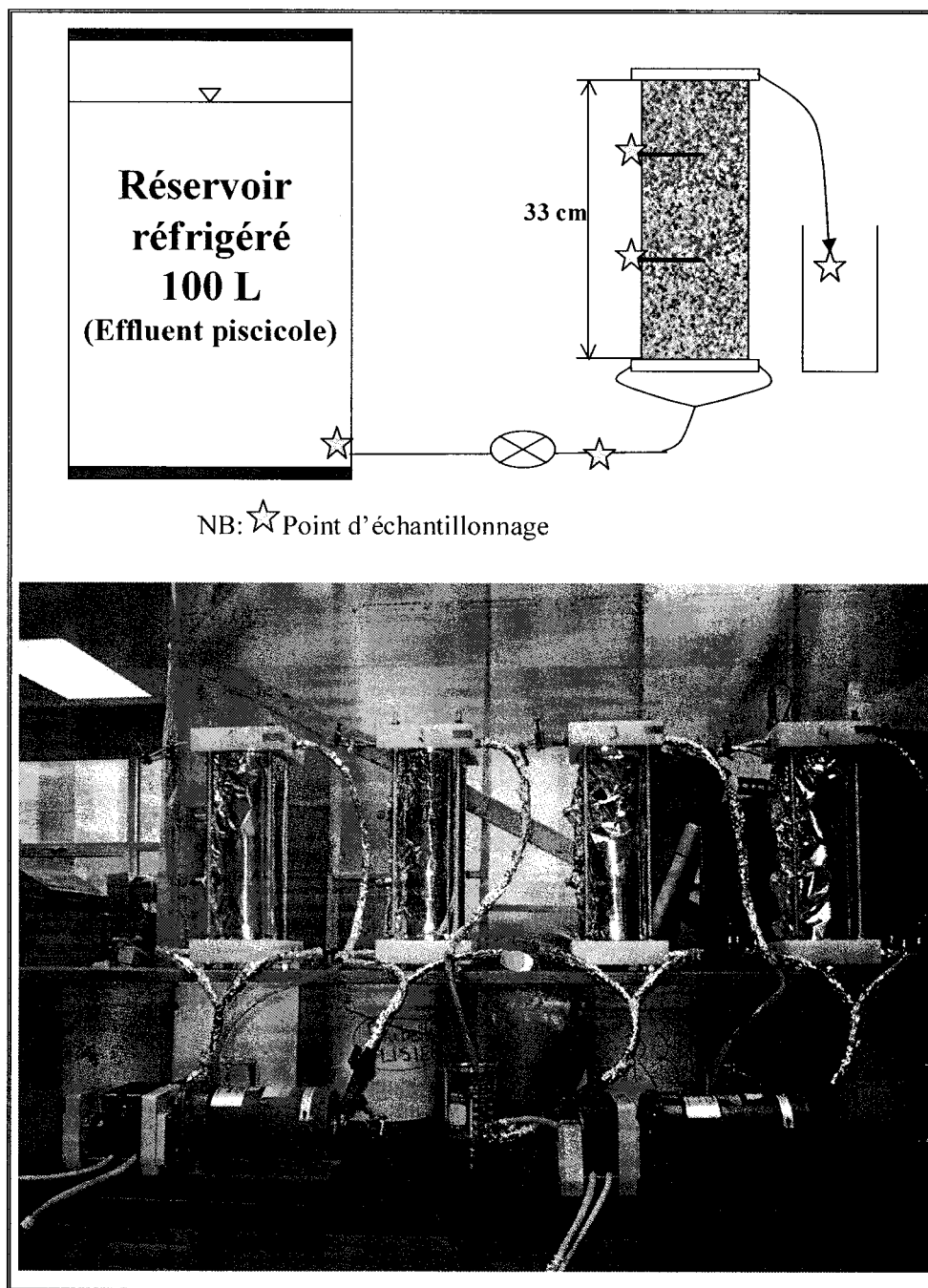


Figure 3.3: Montage expérimental du prétest en colonnes

3.2.2. Essais en cuvée (solution de P)

A) Montage expérimental

Le protocole des essais s'est basé sur les résultats obtenus par Forget (2001) et Soulard (2001). Il a consisté à mettre en contact, dans un erlenmeyer de 1 L, 35 g de matériau dans 700 mL d'une solution artificielle de phosphore. La solution était agitée durant 24 à 28 h à 175 rpm. Des prélèvements de 20 mL étaient réalisés à des intervalles de temps préétablis. Tous les essais ont été réalisés en triplicata menés en parallèle.

La figure suivante schématise les conditions opératoires d'un essai en cuvée:

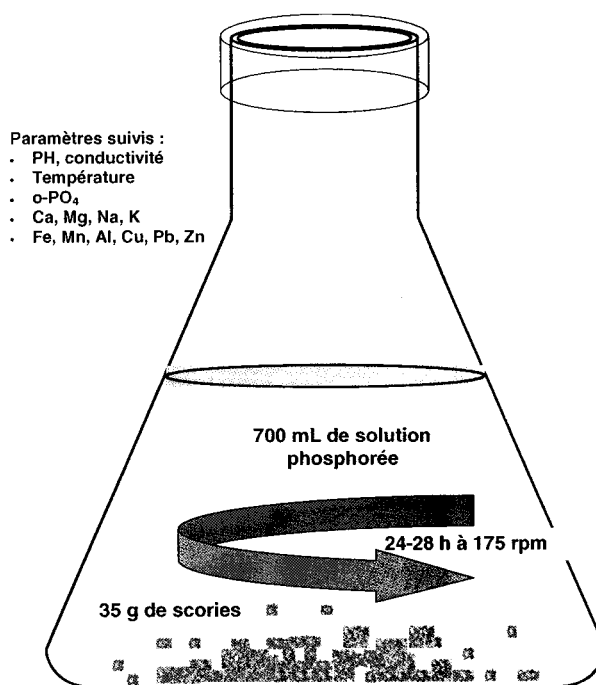


Figure 3.4: Essais en cuvée

B) Suivi expérimental

Trois paramètres ont été étudiés: influence du pH initial, influence de la température et influence de la granulométrie. Pour plus de clarté, les différentes conditions opératoires ainsi que les paramètres suivis lors d'une expérimentation sont repris dans le tableau 3.4.

3.2.3. Essais en colonne (solution de P)

A) Montage expérimental

Le montage était constitué de 4 colonnes de 10 cm de diamètre et de 33 cm de hauteur. Deux colonnes étaient remplies de scories IS et deux colonnes étaient remplies de scories D. Les colonnes utilisées ont été les mêmes que dans le prétest. Chaque colonne était munie d'une base possédant 2 entrées d'eau, d'un tube et d'une plaque de recouvrement possédant une sortie d'eau. Afin d'améliorer la distribution de l'eau et d'éviter le lessivage des fines, une rondelle de plastique trouée suivie d'un géotextile ont été placés dans la colonne. Le matériau testé a ensuite été placé dans la colonne par couches de 2 à 3 cm d'épaisseur afin d'obtenir un échantillon homogène. Chacune des couches était légèrement pilonnée afin de niveler la surface. Un géotextile et une rondelle de plastique ont de nouveau été placés sur le matériau. La colonne a ensuite été fermée de manière étanche avec la plaque de recouvrement. Puis la colonne a été remplie lentement du bas vers le haut afin de minimiser l'emprisonnement de bulles d'air (figure 3.5). Chaque colonne était recouverte d'aluminium pour limiter le passage de la lumière et la croissance d'algues.

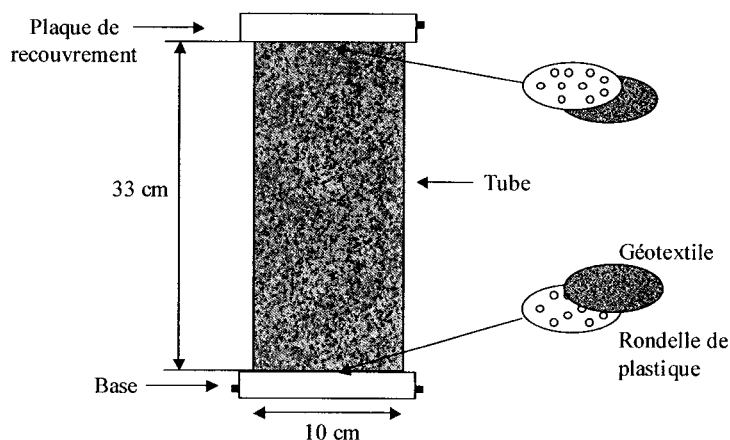


Figure 3.5: Montage d'une colonne

Les colonnes étaient alimentées du bas vers le haut à l'aide d'une pompe péristaltique par une solution de KH_2PO_4 , de concentration en phosphore variable suivant l'essai (figure

3.6). Le temps de séjour hydraulique visé était de 24 h. La gamme de concentration en phosphore choisie était comprise entre 20 mg P/L (représentatif de la concentration moyenne en phosphore retrouvée dans le surnageant de silo) et 200 mg P/L (choisie afin d'accélérer la saturation des colonnes et de déterminer le potentiel maximal de rétention du P des scories).

Deux expériences ont été réalisées sur chaque type de scories:

- 1- comparaison du maximum de rétention des scories par alimentation à 200 mg P/L,
- 2- influence d'une augmentation de la concentration en P.

Le tableau 3.5 récapitule les caractéristiques et les paramètres testés dans chacune des colonnes.

Tableau 3.5: Conditions opératoires des essais en colonnes

Numéro de colonne	Scories	Fonctionnement de la pompe	Poids de scories (kg)	Volume des vides (L)	Porosité (=Vvide/Vtot)	Débit (L/j)	TRHv (h)	Concentration variable en P	
								conc. mg P/L	Durée de l'essai (j)
1	IS	7 min/h	4,63	1,26	0,51	1,54	20	200 100	364 110
2	D	7 min/h	2,44	1,25	0,51	1,53	20	200 100	364 110
3	IS	17 min/h	4,63	1,34	0,54	1,32	24	20 40 75 120	17 45 25 388
4	D	17 min/h	2,48	1,27	0,52	1,68	18	20 40	17 458

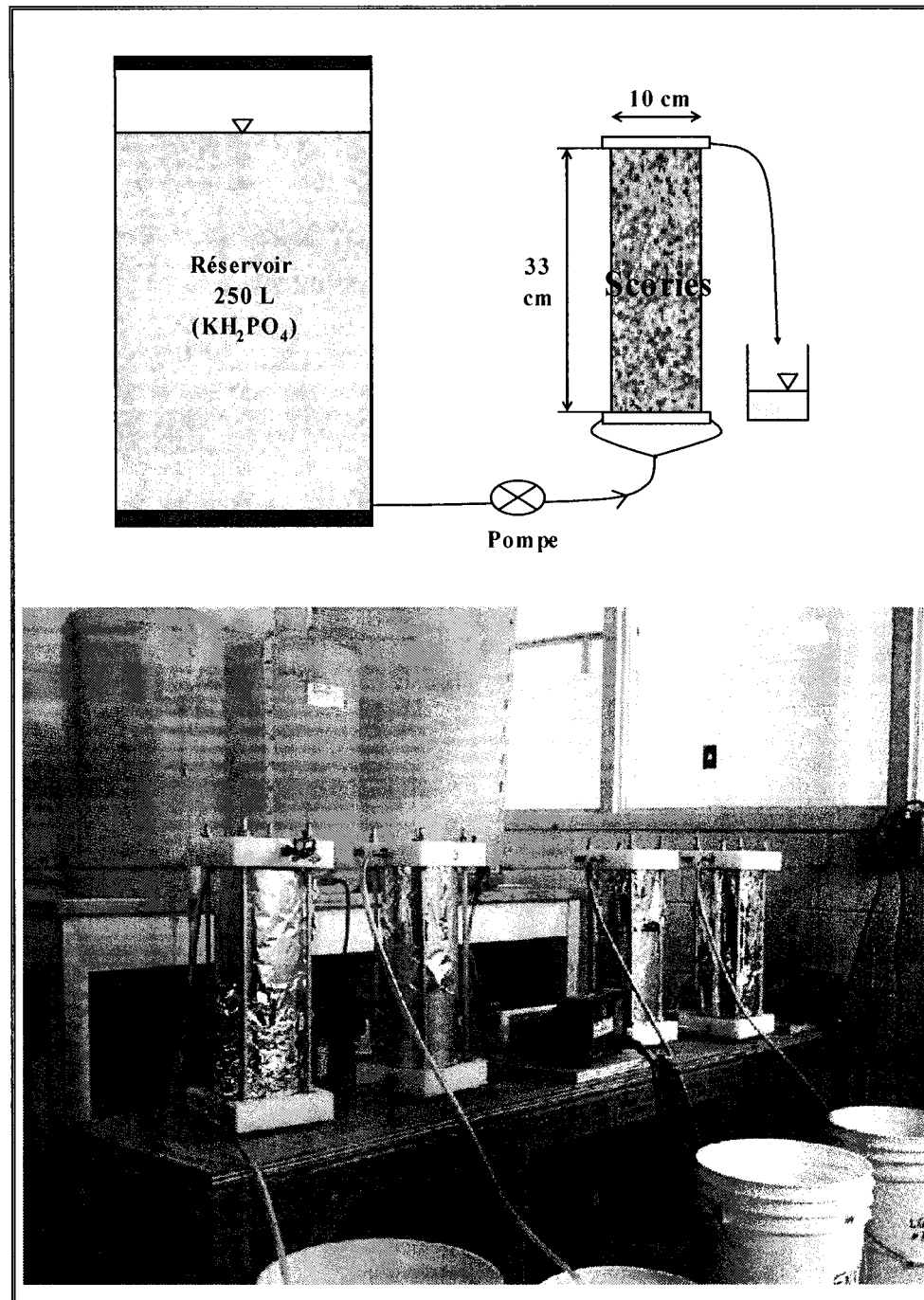


Figure 3.6: Montage expérimental des essais en colonne (solution artificielle)

B) Préparation de la solution

La solution de KH_2PO_4 de concentration fixée était préparée dans un baril de 200 L gradué tous les 10 L. Afin de s'assurer que les sels se dissoudraient parfaitement, ils étaient d'abord dilués dans des erlenmeyers de 2 L avant d'être versés dans le baril qui, pendant ce temps, se remplissait d'eau distillée. Vu la quantité de solution préparée nous avons jugé que la précision d'unité du baril était suffisante bien que la concentration était approximative vu sa graduation. De plus, nous connaissions exactement la concentration de la solution ainsi préparée car celle-ci était mesurée juste après sa préparation ainsi que plusieurs fois durant son utilisation permettant ainsi de vérifier sa stabilité. Une fois préparée, la solution était transférée dans le baril d'alimentation de la colonne à l'aide d'une pompe, permettant un brassage de la solution.

C) Suivi expérimental

Les effluents de chacune des colonnes ainsi que la solution initiale étaient échantillonnés environ 2 fois par semaine. L'échantillonnage se faisait à la sortie de la colonne, dans une bouteille propre, sur une durée de 2 ou 3 h, soit 2 ou 3 cycles d'alimentation de la colonne. Le débit était alors mesuré par mesure du volume d'eau. Les échantillons étaient filtrés à $0,45\ \mu\text{m}$. Le pH, la conductivité et la concentration en orthophosphates étaient mesurés sur chaque échantillon. Toutes les deux semaines environ, les concentrations en calcium, magnésium, aluminium étaient mesurées. Le fer, manganèse et plomb ont été mesurés sur les 255 premiers jours d'expérimentation. Leurs valeurs étaient toujours sous le seuil de détection, ce qui fait qu'ils n'ont plus été mesurés par la suite, excepté sur le dernier échantillon au 475^{ème} jours. Si les échantillons n'étaient pas analysés immédiatement, ils étaient conservés dans une bouteille fermée maintenue à 4°C.

D) Démontage des colonnes

A la fin des essais, les colonnes ont été démontées par tranches de 3-4 cm d'épaisseur. Le précipité qui s'était formé à la surface des scories a été gratté et analysé par diffraction des rayons X.

Nous avons laissé sécher les scories à l'air libre en les protégeant de la poussière. Nous n'avons pas fait sécher les scories dans un four car nous ne voulions pas modifier leur composition de surface. Par la suite, des photographies de la surface des scories ont été prises à l'aide d'un microscope électronique à balayage; le spectre rayons X était réalisé à l'endroit où la photographie était prise, afin de déterminer la nature chimique des cristaux observés et qui s'étaient formés lors des essais.

3.3. Méthodes analytiques

Le tableau suivant reprend les méthodes et les réactifs utilisés pour les différentes analyses chimiques qui ont été réalisées.

Tableau 3.6: Méthodes analytiques

Type d'analyse	Méthodes d'analyse (APHA, 1989)
pH	pH-mètre numérique à affichage digital #4500-H ⁺ B
Conductivité	Conductimètre numérique #2510B
Phosphore total	4500-N-org B puis Lachat quickchem #10-115-01-1-C dérivée de la méthode EPA 375.4
Ortho-phosphates	4500-P-F puis Lachat quickchem #10-115-01-1-C dérivée de la méthode EPA 375.4
DCO	5220-D
MTS et MTSV	2540-D et 2540-E
Ca, Na, K, Mg, Fe, Mn, Pb, Zn, Cu, Al, Cd, Ni, Cr	3500

CHAPITRE 4

RÉSULTATS – DISCUSSION

Dans ce chapitre les résultats obtenus suite aux essais réalisés seront présentés. Le chapitre est composé de 4 sections reprenant les résultats et la discussion de chacun des essais: 4.1- test de lixiviation; 4.2- prétest en colonnes avec un effluent réel; 4.3- essais en cuvette avec une solution de P; 4.4- essais en colonne avec une solution de P.

4.1. Tests de lixiviation

4.1.1. Objectifs

L'objectif de la réalisation de tests de lixiviation sur les deux types de scories à différentes granulométries était de s'assurer qu'aucune matière dangereuse ne risquait d'être relarguée au cours de l'utilisation d'un système à pleine échelle; et ainsi de s'assurer de la viabilité du projet.

4.1.2. Résultats

Les résultats des tests de lixiviation se trouvent dans le tableau 4.1. Tous les résultats ont été inférieurs aux normes sur les matières dangereuses. En ce qui concerne les normes sur les déchets solides, seul le plomb a présenté des valeurs supérieures aux normes (entre 0,15 et 0,20 mg/L, la norme étant de 0,1 mg/L). Cependant, la société Ispat Sidbec réalise régulièrement des tests de lixiviation suivant TCLP 1311 et les résultats sont régulièrement sous le seuil de détection de 0,05 mg/l (selon Lavoie, communication personnelle, 2003). Les résultats concernant le zinc ne sont pas valables, dû à une contamination des bouchons des bouteilles. Cependant, tous les essais, excepté un essai de scories IS à 0,63-1,25 mm, ont été inférieurs aux normes sur les déchets solides.

Malgré ces contaminations, nous n'avons pas jugé utile de réaliser de nouveaux tests, car les valeurs trouvées étaient sous les normes pour les déchets dangereux et que les

résultats ne pouvaient pas être accrédités par le MENV. Ces résultats ne sont donc pas venus affecter la viabilité du projet sur l'enlèvement du phosphore.

Tableau 4.1: Résultats des tests de lixiviation

Scories	Granulométrie	Concentration (mg/L)					
		Cadmium	Cuivre	Nickel	Plomb	Zinc	Chrome
HF Dofasco	1,25-2,5 mm	0,040	0,057	0,26	0,19	0,325	0,012
	1,25-2,5 mm	0,042	0,054	0,28	0,20	0,140	0,015
	2,5-5 mm	0,046	0,030	0,20	0,15	0,100	0,015
	2,5-5 mm	0,045	0,051	0,22	0,16	0,060	0,016
FAE Ispat Sidbec	0,63-1,25 mm	0,042	0,050	0,24	0,18	0,650	0,020
	0,63-1,25 mm	0,042	0,051	0,23	0,19	1,78	0,020
	2,5-5 mm	0,051	0,061	0,29	0,24	0,038	0,016
	2,5-5 mm	0,050	0,054	0,27	0,21	0,033	0,016
Témoin	pas de scories	0,020	0,070	0,04	0,04	1,50	< 0,005
Normes déchets solides (mg/L)		0,10	1,00	1,00	0,10	1,00	0,50
Normes matières dangereuses (mg)		0,50			5,00		5,00

4.2. Prétest en colonnes – effluent réel

4.2.1. Objectifs

L'objectif principal de ce prétest était de vérifier qu'en présence d'un effluent réel, donc contenant des MES et de la matière organique, les scories possédaient un bon potentiel d'enlèvement du phosphore. Nous voulions aussi nous assurer que cette matière organique n'entraînerait pas un colmatage prématuré des colonnes par la croissance d'algues et de microorganismes.

4.2.2. Performance d'enlèvement des orthophosphates et du phosphore

Le prétest en colonnes a utilisé comme affluent, un effluent réel provenant du surnageant de silo à boue de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland (Québec). Ce prétest s'est déroulé sur une période de 33 jours. Sur les graphiques, les légendes représentent les temps de séjour hydraulique dans les vides de la colonne, exprimés en heures.

L'efficacité d'enlèvement des o-PO_4 et du P_{tot} sont présentés sur les figures 4.1 et 4.2.

Les scories d'acier ont permis un enlèvement très important des o-PO_4 supérieur à 95 % durant toute la durée de l'essai et pour toutes les conditions testées (figure 4.1).

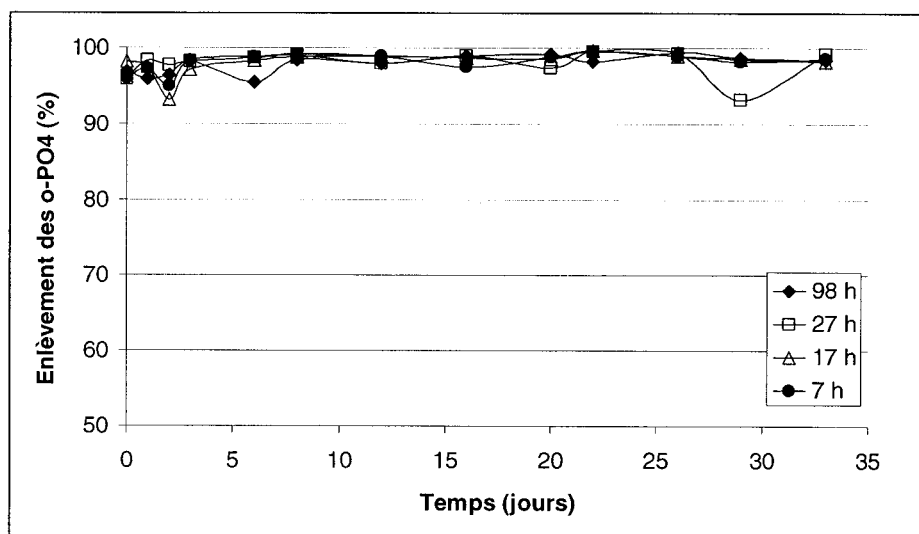


Figure 4.1: Enlèvement des o-PO4

L'efficacité d'enlèvement du P_{tot} s'est révélée moins importante, notamment au début de l'expérimentation, pendant la phase de stabilisation des débits, environ 7 jours. Après cette première phase, l'enlèvement a été supérieur à 75 % dans tous les cas. L'efficacité a été plus importante lorsque le temps de séjour dans la colonne était plus grand, donc pour un débit d'alimentation plus faible (figure 4.2). En effet, dans le cas d'un faible débit, le temps de contact avec les scories est plus grand et par conséquent, la rétention peut se faire de manière plus efficace. Cette observation peut se faire notamment grâce à la figure 4.3 qui représente la quantité de phosphore enlevée par rapport à la quantité ajoutée. En effet, dans ce cas, les résultats deviennent indépendants des débits; par conséquent, la phase de stabilisation des débits n'intervient plus dans l'interprétation des résultats. Les résultats sont donc plus représentatifs de la cinétique des mécanismes d'enlèvement. De plus, pour un temps de rétention hydraulique plus grand, la courbe de $P_{\text{enlevé}}$ en fonction du $P_{\text{ajouté}}$ reste plus longtemps proche de la courbe de 100 %.

L'expérience n'a pas duré assez longtemps pour nous permettre d'obtenir la saturation des colonnes. Cependant, compte tenu de l'allure des résultats de la figure 4.3, on peut facilement supposer que les colonnes auraient pu enlever plus de 0,4 mg P/g scories.

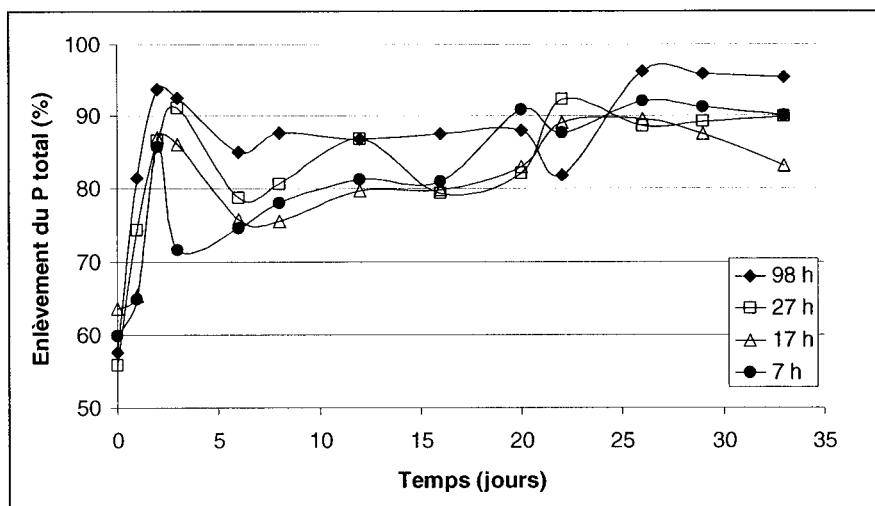


Figure 4.2: Enlèvement du phosphore total

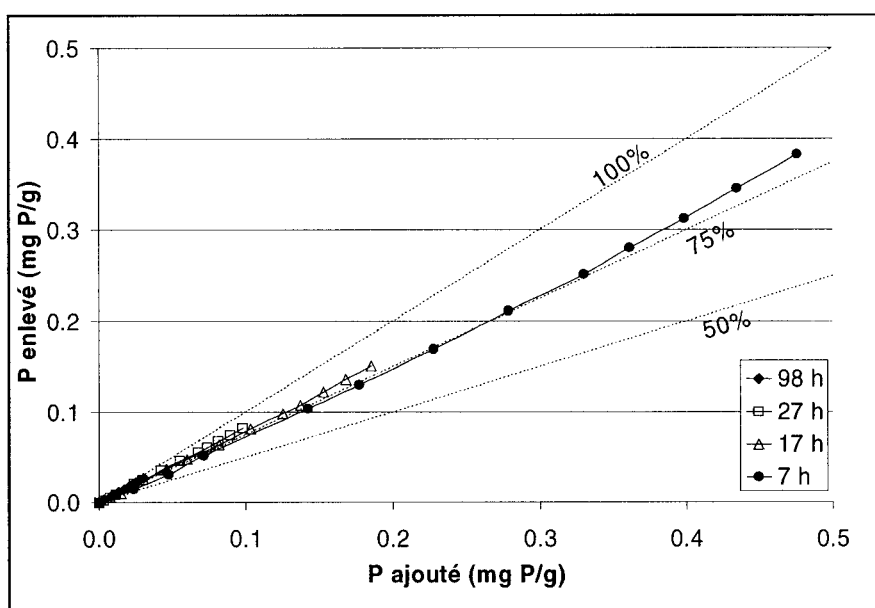


Figure 4.3: Capacité d'enlèvement du P

4.2.3. Rétention des matières en suspension

Au cours des 35 jours d'essais, une croissance microbienne significative formant un biofilm (micro-organismes et algues) a été constatée à la base de chaque colonne. Cette croissance microbienne résultait vraisemblablement de la diminution de la concentration

en MES (figure 4.4) et de la dégradation de la matière particulaire en matière soluble (DCO totale en DCO soluble et phosphore total en orthophosphates) (figure 4.5).

En effet, une certaine filtration se fait à l'intérieur de la colonne même si l'effluent est très peu chargé en MES (de l'ordre de 100 mg/L pour les deux effluents qui ont été utilisés) et que la taille des scories est importante (2,5 à 10 mm) (figure 4.4). Le lit de scories pourra donc aussi être utilisé comme filtre et nous pouvons supposer que plus le développement microbien sera important sur les scories, meilleure sera la filtration de l'effluent.

De plus, il semblerait que l'activité microbienne ait permis de faire une dégradation de la DCO totale en DCO soluble. Cette activité microbienne semble d'autant plus importante que le temps de séjour augmente. Ce qui semble normal car dans ce cas, les micro-organismes ont eu plus de temps pour assimiler la matière organique même si son apport est moins important, ce qui fait que la minéralisation de la matière organique est plus importante.

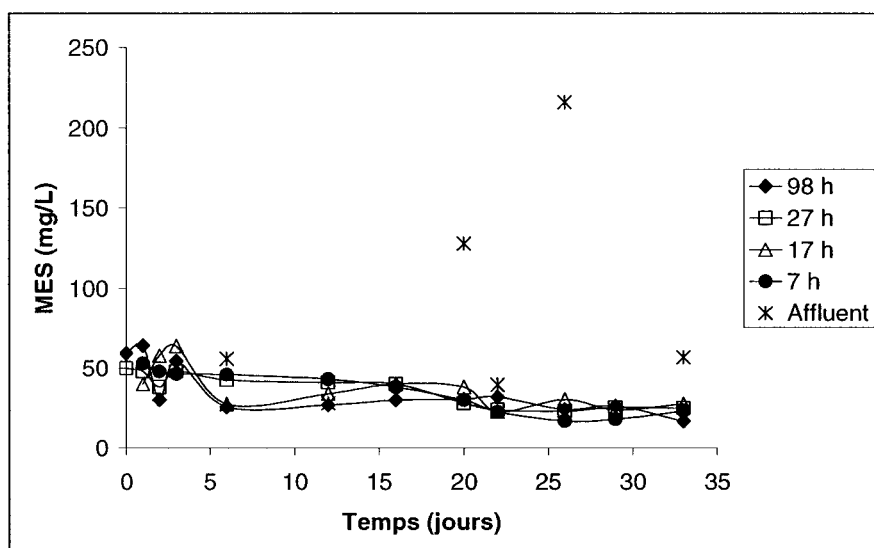


Figure 4.4: Filtration de l'affluent

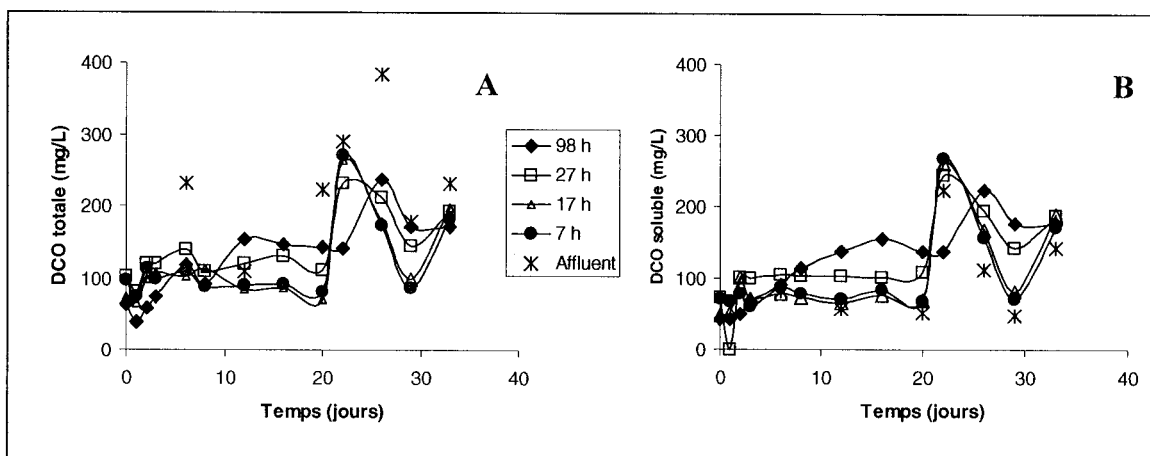


Figure 4.5: Degradation de la matière organique – A: DCO totale; B: DCO soluble

4.2.4. Evolution du pH

L'évolution du pH en fonction du temps est représentée sur la figure 4.6. Rappelons que les scories ont été choisies parce qu'elles avaient un pH d'équilibre élevé ce qui permettait de favoriser l'adsorption du phosphore en favorisant la formation d'hydroxyapatite (Forget, 2001). Cela explique la stabilisation du pH de sortie des colonnes aux alentours de 11 dès le 4^e jour, ce qui est un pH très basique pour le traitement d'une eau qui va ensuite être rejetée dans le milieu naturel.

Il n'y a pas vraiment eu de corrélation entre le débit utilisé et le pH. Dans tous les cas, le pH est resté autour de 11.

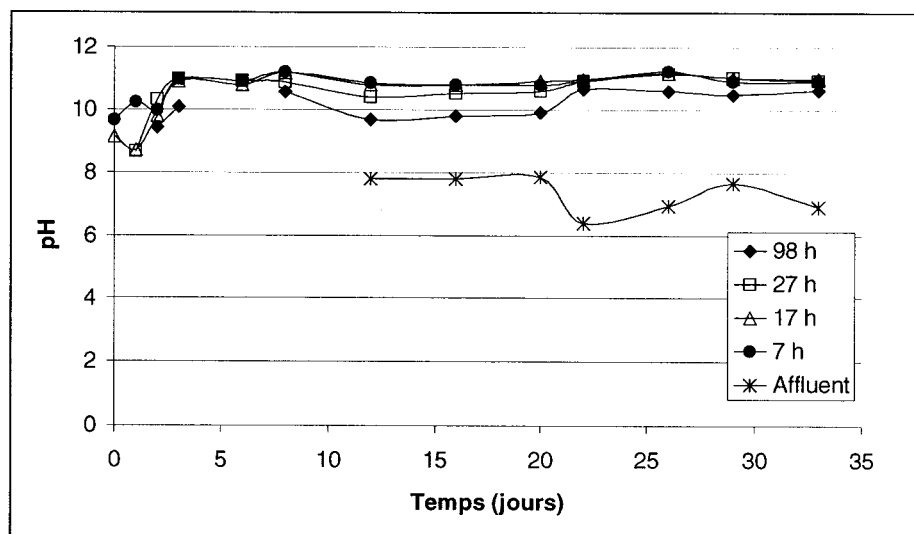


Figure 4.6: Évolution du pH au cours de l'expérimentation

4.2.5. Conclusions

Ce prétest a permis de s'assurer que même en présence d'une solution réelle contenant des MES et de la matière organique, les scories avaient une capacité de rétention du phosphore intéressante. Cependant, un prétraitement des effluents semble nécessaire afin de minimiser au maximum la croissance microbienne et d'obtenir une rétention plus importante du P.

Il s'est avéré nécessaire d'étudier le potentiel de déphosphatation de ces scories de manière plus approfondie, afin de mieux comprendre les mécanismes et les paramètres pouvant influencer leur efficacité de rétention du P. De plus, d'autres essais ont eu lieu en même temps que ce prétest qui ont montré que les scories D avaient un bon potentiel d'enlèvement du P et une forme arrondie intéressante (Soulard, 2001). C'est pour cela que les essais qui ont suivi, ont été réalisés sur les scories HF de Dofasco (D) et sur les scories FAE de Ispat Sidbec (IS), avec l'utilisation de solutions de phosphore.

4.3. Essais en cuvette (solution de phosphore)

4.3.1. Objectifs

L'objectif principal de ces essais était de mettre en évidence et de comprendre les mécanismes qui entrent en jeu lors de la rétention du phosphore sur la matrice de deux types de scories (FAE d'Ispat Sidbec notées IS et HF de Dofasco notées D). Les facteurs étudiés ont été:

- influence du pH initial de la solution de P, car le pH est l'un des paramètres ayant le plus d'influence sur la rétention du P par les sols (Stumm et Morgan, 1996). Or, dépendamment du type de sol utilisé et de sa composition, le pH a une influence contraire sur l'enlèvement du P. Les scories utilisées contiennent du Ca, qui est le facteur prédominant l'enlèvement du P à pH basique (Overman et Chu, 1977), et de l'Al et du Fe, qui sont les facteurs prédominants dans l'enlèvement du P à pH acide (Lopez-hernandez et Burnham, 1974),
- influence de la température de la solution de P, qui est un paramètre important à prendre en compte au Québec car les températures moyennes mensuelles sont comprises entre -9°C et 20°C, mais peuvent descendre à -15°C en hiver et monter à 26°C en été (www.meteomedia.com),
- influence de la granulométrie des scories. En effet une granulométrie plus fine peut permettre un meilleur enlèvement du P par augmentation de la surface spécifique, cependant, en présence d'une solution réelle, une granulométrie trop fine peut entraîner un colmatage prématuré des scories par croissance microbienne.

Ces paramètres ont été étudiés afin de regarder leur influence sur la rétention du P par les scories et de comprendre l'importance de chacun des différents sels et métaux présents dans les scories et relargués en solution.

Le second objectif était de vérifier qu'aucun relargage de métaux n'apparaissait lors de la mise en contact des scories avec un effluent artificiel (solution de P). De plus, nous

voulions comparer les mécanismes d'enlèvement du phosphore par ces deux types de scories.

4.3.2. Rétention du phosphore suivant les conditions testées

A) Influence du pH initial

Lors de ce premier essai, l'influence du pH initial sur la capacité d'enlèvement du phosphore par les scories a été étudié. Pour cela 5 essais ont été réalisés pour chaque scorie utilisant des solutions de phosphore préparées avec des sels de P différents, permettant d'avoir un pH initial différent:

- témoin - eau distillée sans phosphore: $\text{pH}_i = 7,29$
- H_3PO_4 : $\text{pH}_i = 2,44$
- KH_2PO_4 : $\text{pH}_i = 5,17$
- K_2HPO_4 : $\text{pH}_i = 8,20$
- $\text{K}_2\text{HPO}_4 + \text{KOH}$: $\text{pH}_i = 10,51$

Nous avons préféré utiliser des sels différents de phosphates de potassium, plutôt que d'ajouter à une même solution de P une base ou un acide qui aurait permis d'arriver au pH souhaité, mais dont les sels auraient pu interférer avec la matrice des scories.

Sur la figure suivante l'enlèvement du phosphore ainsi que l'évolution du pH ont été représentés pour chaque scorie.

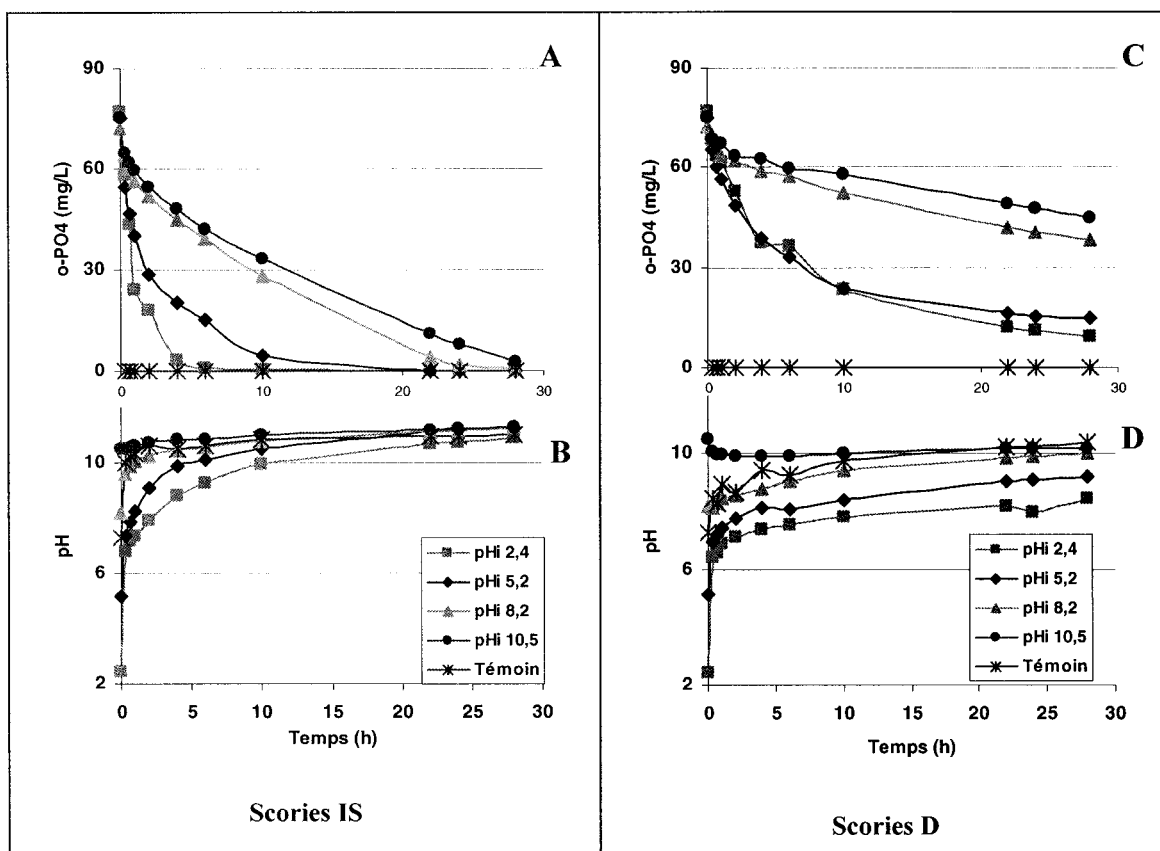


Figure 4.7: Cinétique de l'enlèvement des o-PO_4 (A et C) et de l'évolution du pH (B et D) suivant le pH initial de la solution

L'enlèvement du P est fonction du pH initial de la solution de P. Plus le pH initial est acide, plus l'enlèvement est rapide et efficace (figure 4.7). Pour les scories IS, l'efficacité est de plus de 95 % au bout de 4 h au pH_i de 2,4 alors qu'avec un pH_i de 10,5 l'efficacité n'est que de 36 % (figure 4.7 A et B). Il semble qu'il y ait une corrélation entre la vitesse d'enlèvement du P et la variation de pH entre le pH initial et le pH de l'équilibre (figure 4.8). En effet, l'enlèvement de 100 % du P est atteint plus rapidement pour les essais réalisés à un pH initial acide.

L'enlèvement dépend des scories utilisées: au pH_i de 2,4, par exemple, au bout de 4 h les IS ont eu une efficacité d'enlèvement du P de 95 % (figure 4.7A), alors que les scories D ont eu une efficacité de 49 % (figure 4.7C).

Le pH final des expérimentations est fonction du pH initial, notamment pour les scories D. Cependant, on peut supposer, vu l'allure des courbes, que si on laissait le système se stabiliser, le pH final serait le même, soit d'environ 11,3 pour IS et de 10,2 pour D.

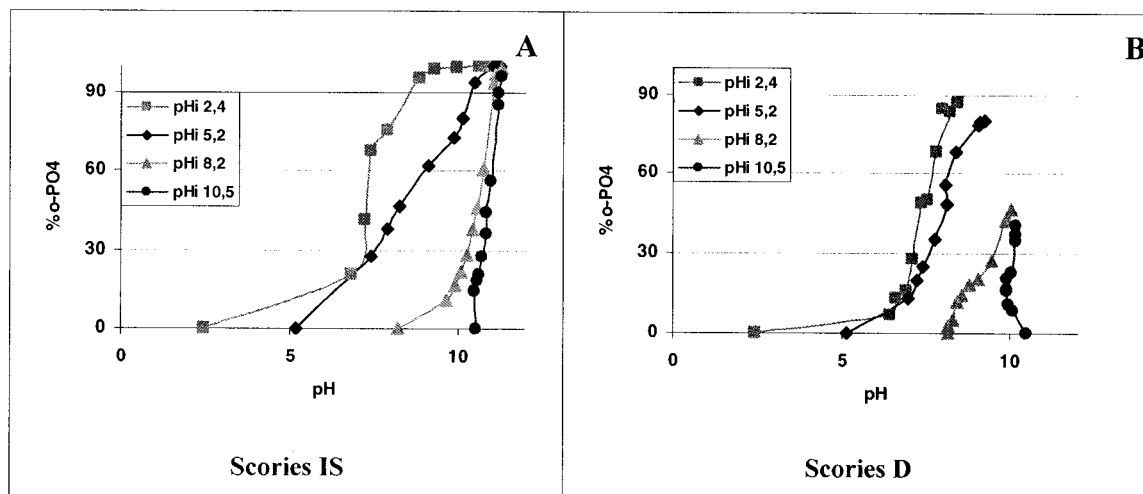


Figure 4.8: Evolution de l'enlèvement du P en fonction de la variation du pH - A: scories IS; B: scories D

B) Influence de la température

Au cours de cet essai, l'influence de la température de la solution sur l'enlèvement du P a été étudiée. Nous avons travaillé à trois températures: 5, 22 et 40°C. Le sel utilisé pour préparer la solution de P était du KH_2PO_4 . La figure 4.9 montre l'évolution de l'enlèvement du P et du pH de la solution.

Lors de cette expérience différents problèmes se sont posés:

- nous avons eu recours à un nouveau lot de scories IS car il n'y avait plus de scories de la granulométrie souhaitée dans le lot que nous utilisions jusque là (0,63-1,25 mm). Sur la figure 4.9A, l'essai à 22°C a été réalisé avec les premières scories et les essais à 5 et 40°C ont été réalisés avec les nouvelles scories.
- lors de l'expérience à 40°C, nous n'avons pas pu réaliser l'essai en triplicata pour les scories D car nous n'avions plus de matériau. Cependant, nous n'avons pas

réalisé l'expérience avec de nouvelles scories, car cela avait été fait avec les scories IS et n'avait pas été concluant (voir explication dans le paragraphe suivant). De plus, toutes les expériences que nous avons réalisées jusque là avaient toujours montré des résultats similaires pour les triplicatas. Par conséquent, nous supposons que les résultats sont tout à fait valides car les manipulations ont toutes été réalisées de la même manière et suivant le même protocole pour les prélèvements, la conservation et l'analyse des échantillons.

En analysant l'évolution des courbes de l'enlèvement des o-PO_4 et de l'évolution du pH, on constate que:

- pour les deux types de scories, la cinétique d'enlèvement du P la plus rapide correspond à l'augmentation de pH la plus rapide;
- pour les scories IS, cela semble surprenant qu'à une température de 40°C l'enlèvement de P soit moins rapide qu'à 22°C. Or sur la figure 4.9A, nous avons représenté les résultats avec les deux scories de lots différents (lot 1 à 22°C et lot 2 à 5°C et 40°C). Nous avons réalisé l'expérience à 22°C avec les nouvelles scories, les résultats obtenus se trouvent sur la figure 4.10. On constate que dans ce cas, les scories IS sont plus efficaces pour l'enlèvement du P lorsque la température est plus élevée;
- dépendamment du lot de scories, l'efficacité des scories IS peut être différente à une même température (voir figure 4.10A). Cela pourrait être un problème et il faudrait savoir d'où vient cette différence afin d'utiliser dans le futur les scories les plus efficaces. Il est probable que les scories du deuxième lot auraient eu une maturation plus longue, ce qui fait que moins de OH^- auraient été disponibles sur les sites réactionnels pour réagir avec les ions P;
- pour les scories D, nous n'avons pas observé de réelles différences pour l'enlèvement du P lors de la réaction à 5 et à 22°C. Par contre pour des températures de 22°C et de 40°C, il y a une très grande différence d'efficacité correspondant à une variation de pH similaire;

- à 40°C, les scories D semblent plus efficaces que les scories IS, alors que ce n'est pas le cas à 5°C et à 22°C. A température froide ou ambiante, les scories IS semblent plus efficaces que les scories D. Cependant vu les résultats différents obtenus dépendamment du lot de scories utilisées, une comparaison entre les scories pourrait conduire à des résultats qui pourraient facilement être contredits. Nous ne préférons donc pas tirer de conclusions sur la comparaison d'efficacité des scories sur la seule base de cette expérience.

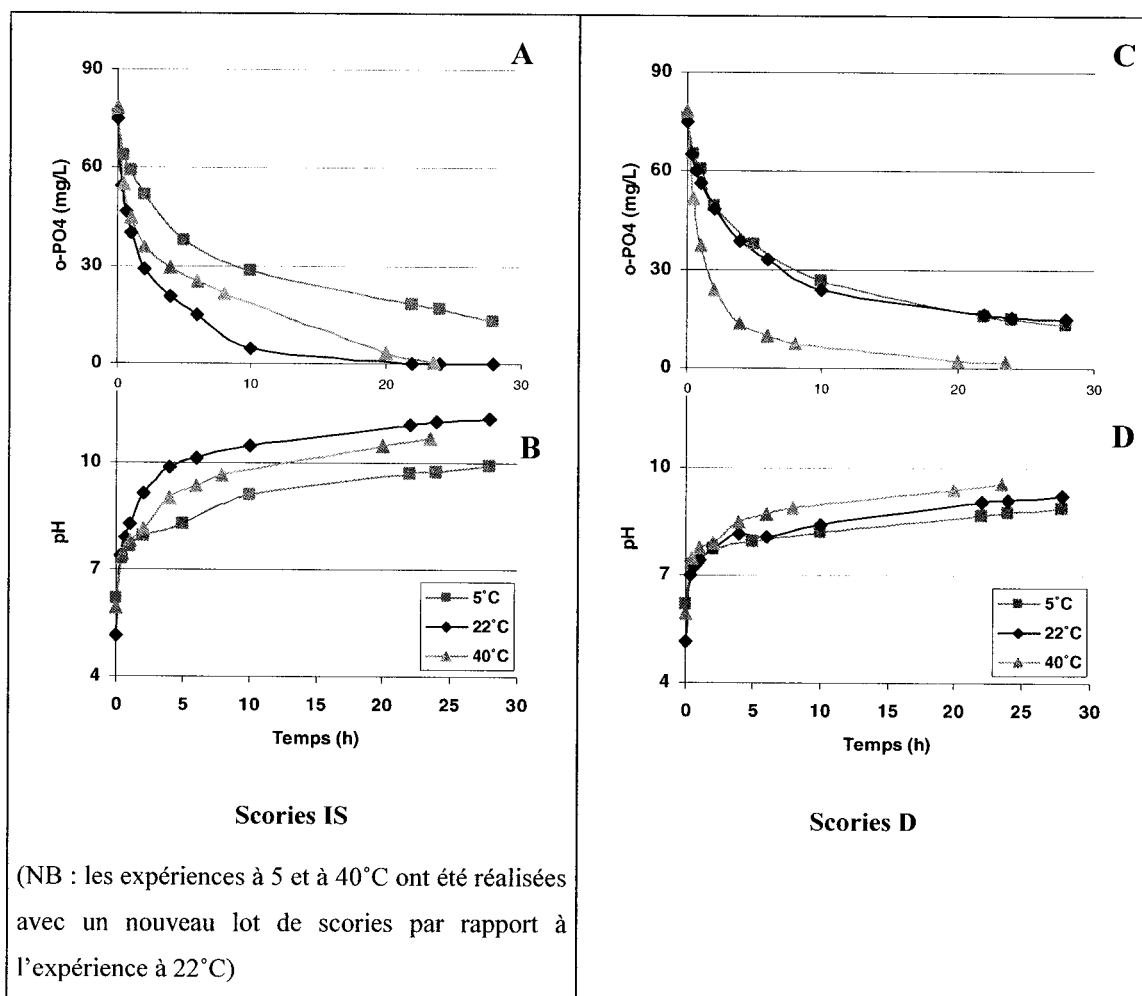


Figure 4.9: Évolution de l'enlèvement des o-PO₄ (A et C) et du pH (B et D) suivant la température de réaction

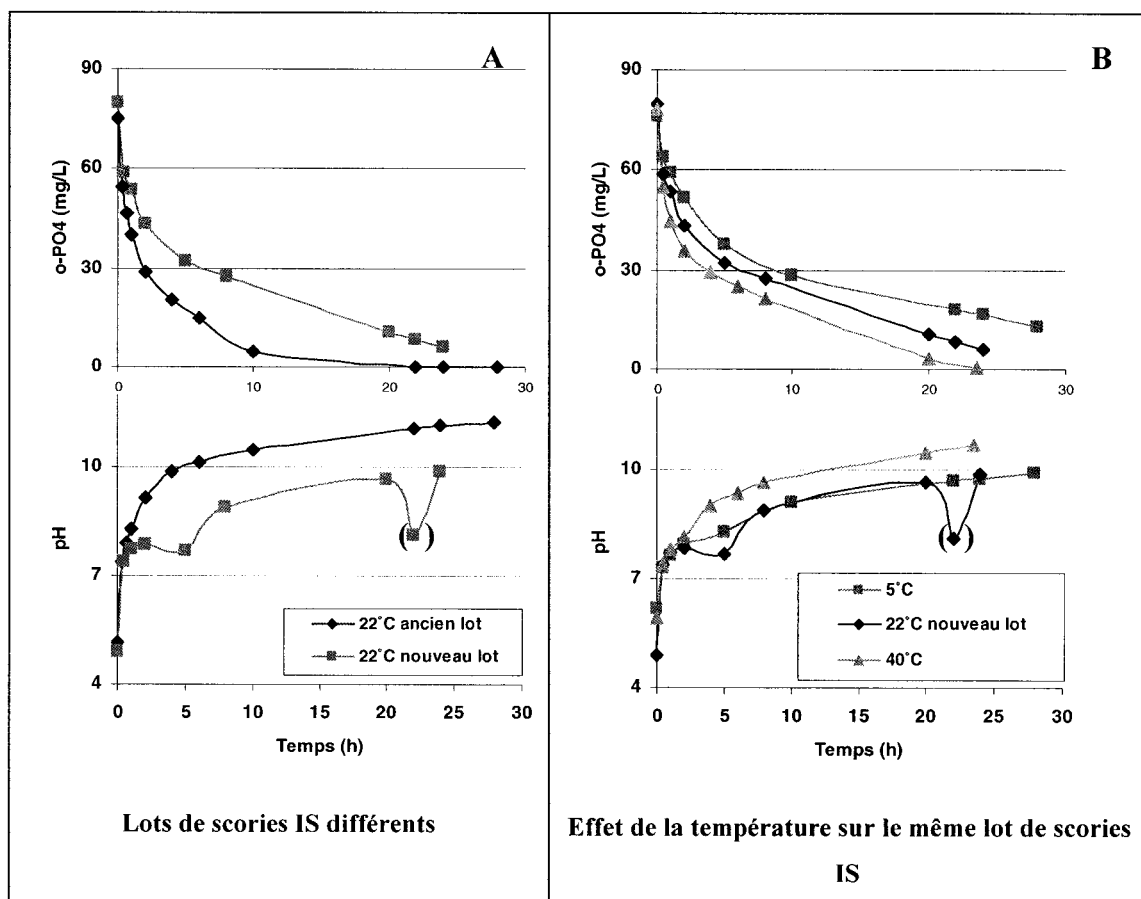


Figure 4.10: Comparaison des deux lots de scories IS sur l'efficacité d'enlèvement du P – A: lots de scories IS différents; B: effet de la température sur le même lot de scories IS

C) Influence de la granulométrie

Au cours de cet essai, l'influence de la granulométrie des scories sur leur capacité de rétention du P a été étudiée. Nous avons travaillé avec trois granulométries différentes: 0,63-1,25, 1,25-2,5 et 2,5-5 mm. Les scories provenaient du même lot et ont été tamisées afin d'obtenir les granulométries souhaitées. Nous avons toujours travaillé avec une masse de 35 g de scories. Le sel utilisé pour préparer la solution de P était du KH_2PO_4 . Les cinétiques d'enlèvement du P et de la variation du pH obtenues se trouvent sur la figure ci-dessous.

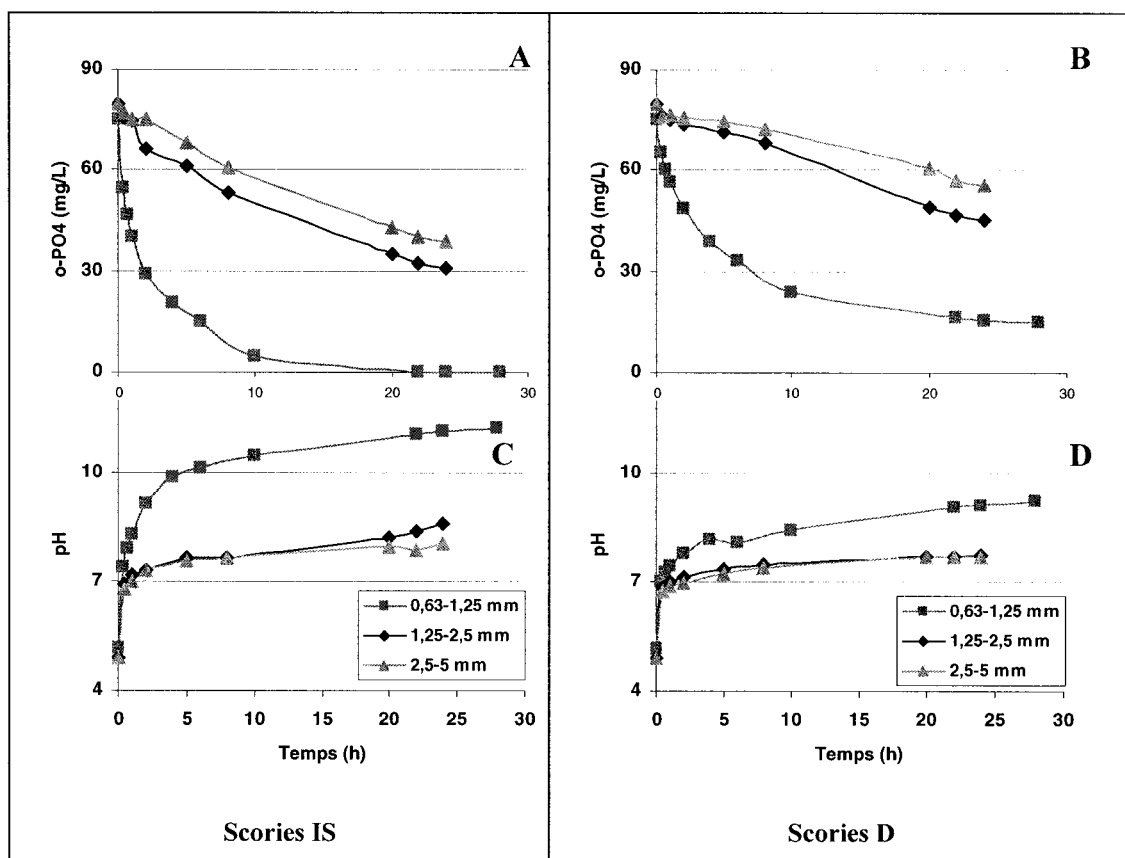


Figure 4.11: Cinétique de l'enlèvement des o-PO₄ (A et C) et de l'évolution du pH (B et D) suivant la granulométrie des scories utilisées

Pour les deux scories, on remarque une très grosse différence lorsque l'on passe d'une granulométrie de 0,63-1,25 mm à 1,25-2,5 mm. Les résultats obtenus montrent que plus la granulométrie est faible meilleure est la cinétique d'enlèvement. Cela semble normal car à une plus faible granulométrie correspond une surface spécifique plus grande qui permet des échanges plus importants entre le solide et le liquide.

Pour toutes les granulométries, les scories IS semblent plus efficaces que les scories D. Cependant, ces essais ont été réalisés avec le lot qui semble le plus efficace (voir paragraphe B).

Vu les pentes des courbes à 1,25-2,5 mm et à 2,5-5 mm, pour les deux scories, on peut facilement supposer que les scories n'avaient pas atteint leur capacité maximale

d'adsorption, et qu'avec un temps de réaction plus long, on aurait pu obtenir une efficacité de rétention du P plus grande que celle obtenue, bien que la cinétique soit plus lente qu'avec des scories de 0,63-1,25 mm.

4.3.3. Vitesses de réaction

Les ordres de réaction partiels de l'enlèvement du phosphore par les scories ont été déterminés. Les résultats ont été représentés suivant deux équations trouvées dans la littérature (Laidler, 1965; Donigan *et al.*, 1977; Berkheiser *et al.*, 1980), soit:

- cinétique d'ordre 1: $P = P_o \exp(-k_1 t) \Rightarrow \ln(P) = \ln(P_o) - k_1 t$
- Loi de la diffusion parabolique: $P = R\sqrt{t} + P_o$

Les résultats se trouvent sur les figures 4.12 et 4.13. Pour ne pas surcharger les graphiques, les équations de régression de chacune des courbes ont été reprises dans les tableaux 4.2 et 4.3 respectivement. Afin d'assurer une certaine homogénéité et de pouvoir comparer les valeurs trouvées, toutes les régressions linéaires ont été réalisées sur les 6 premières heures de réactions en les faisant passer par (0;0).

En comparant les coefficients de régressions R^2 , on remarque que la loi de diffusion parabolique semble représenter le mieux les vitesses de disparition du P, et ce pour tous les essais. Afin de vérifier si il existait une corrélation entre les essais et les vitesses de réaction, les coefficients de réaction k en fonction soit du pH, de la température ou encore de la granulométrie ont été représentés sur la figure 4.14.

Pour tous les pH et les granulométries, à température ambiante, les scories IS ont une cinétique d'enlèvement plus rapide que les scories D. Par contre, à une température de 5°C, les deux scories ont des vitesses de cinétique semblable et à 40°C, les scories D deviennent plus efficaces que les scories IS. Afin de s'assurer que les vitesses de réaction suivent bien les courbes obtenues, il aurait été intéressant de réaliser plus d'essais. Cependant, ces résultats permettent de conclure que dans les conditions standard de

fonctionnement, soit à un pH proche de la neutralité et pour des températures allant de 0°C à 25°C, les scories IS devraient être utilisées car elles ont de meilleures performances pour l'enlèvement du P. De plus, la plus petite granulométrie utilisable devrait être employée afin de maximiser l'efficacité d'enlèvement du P.

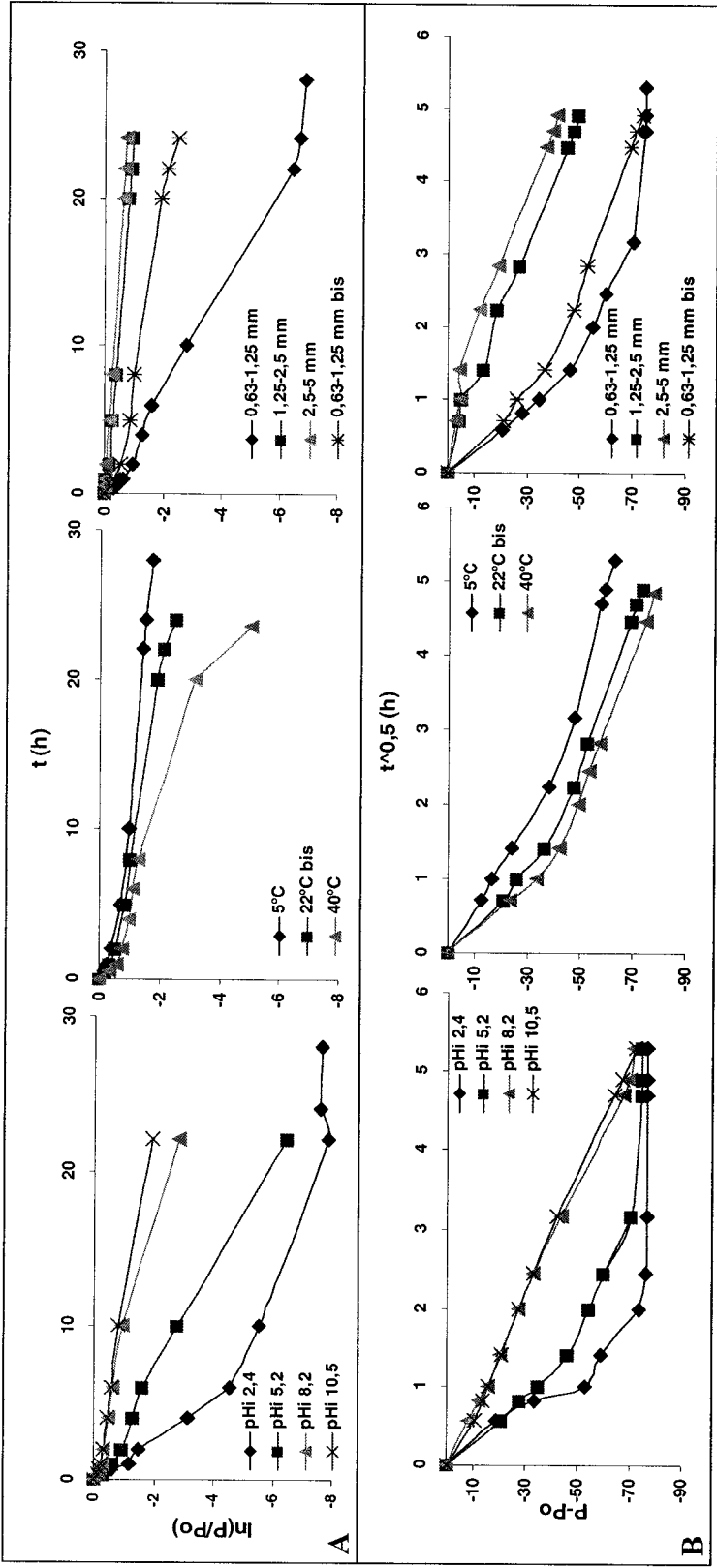


Figure 4.12: Vitesse de réaction des scories IS. A: ordre 1 – B: diffusion parabolique
Tableau 4.2: Constantes de vitesse de réaction (k) et coefficient de régression linéaire (R²) calculées sur la période des 6 premières heures – Scories IS

	pHi			Température			Granulométrie		
	Essai	k	R ²	Essai	k	R ²	Essai	k	R ²
Ordre 1	pHi 2,4	-0,774	0,9894	5°C	-0,151	0,8894	0,63-1,25 mm	-0,309	0,790
	pHi 5,2	-0,309	0,7895	22°C	-0,192	0,8051	0,63-1,25 mm bis	-0,192	0,805
	pHi 8,2	-0,115	0,8029	40°C	-0,227	0,6194	1,25-2,5 mm	-0,060	0,871
	pHi 10,5	-0,110	0,7291				2,5-5 mm	-0,033	0,888
Diffusion parabolique	pHi 2,4	-40,23	0,937	5°C	-17,05	0,9997	0,63-1,25 mm	-27,96	0,916
	pHi 5,2	-27,96	0,9164	22°C	-23,53	0,9533	0,63-1,25 mm bis	-23,53	0,953
	pHi 8,2	-13,88	0,9917	40°C	-25,10	0,8842	1,25-2,5 mm	-8,16	0,932
	pHi 10,5	-14,14	0,978				2,5-5 mm	-4,755	0,923

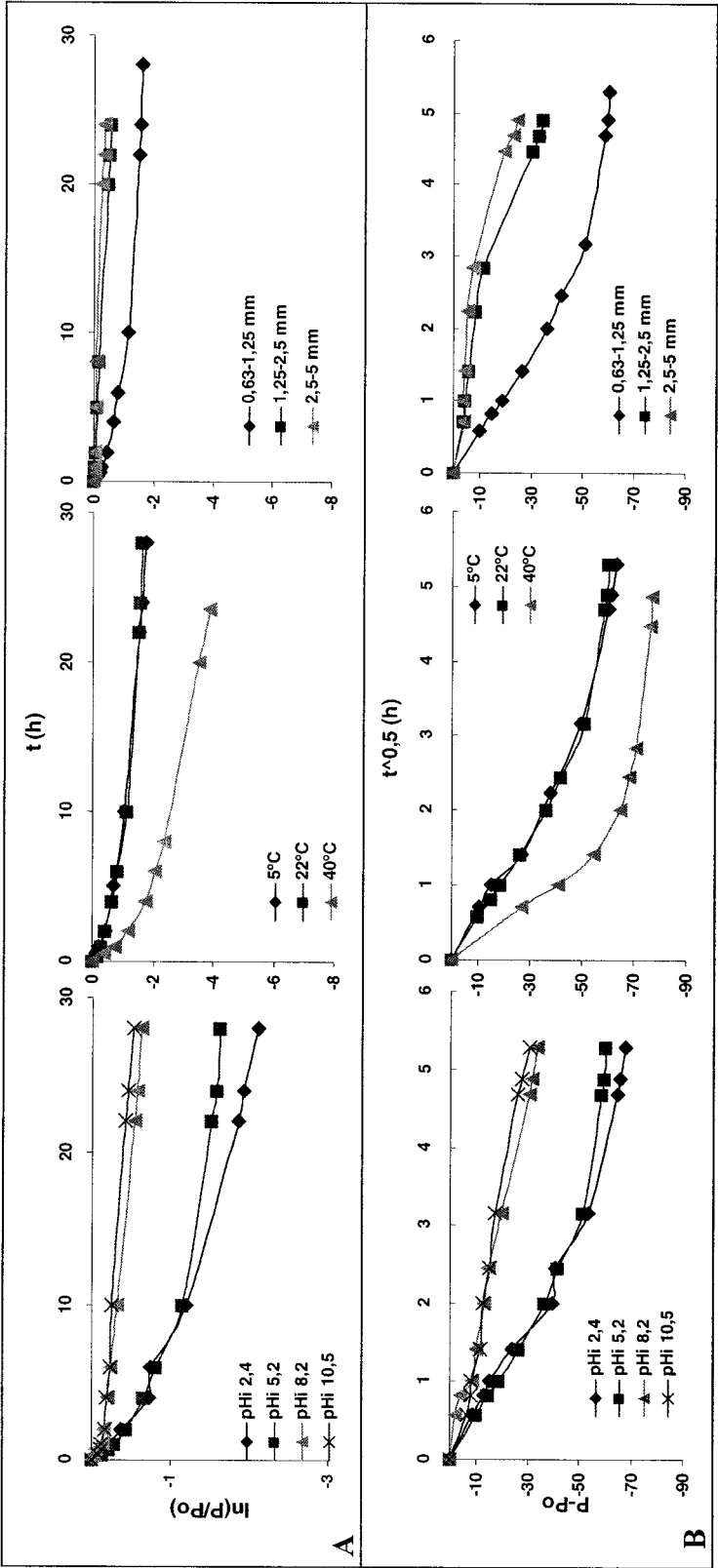


Figure 4.13: Vitesse de réaction des sories D. A: ordre 1 – B: diffusion parabolique
Tableau 4.3: Constantes de vitesse de réaction (k) et coefficient de régression linéaire (R²) calculées sur la période des 6 premières heures – Sories D

	pHi			Température			Granulométrie		
	Essai	k	R ²	Essai	k	R ²	Essai	k	R ²
Ordre 1	pHi 2,4	-0,148	0,8807	5°C	-0,154	0,8896	0,63-1,25 mm	-0,154	0,8575
	pHi 5,2	-0,154	0,8575	22°C	-0,158	0,8383	1,25-2,5 mm	-0,028	0,4681
	pHi 8,2	-0,0467	0,6941	40°C	-0,397	0,8561	2,5-5 mm	-0,018	-0,1765
	pHi 10,5	-0,0465	0,2039						
Diffusion parabolique	pHi 2,4	-17,38	0,9751	5°C	-17,19	0,9863	0,63-1,25 mm	-17,81	0,9945
	pHi 5,2	-17,81	0,9945	22°C	-17,81	0,9945	1,25-2,5 mm	-4,24	0,9516
	pHi 8,2	-6,50	0,9398	40°C	-32,20	0,9162	2,5-5 mm	-2,97	0,6872
	pHi 10,5	-7,03	0,8458						

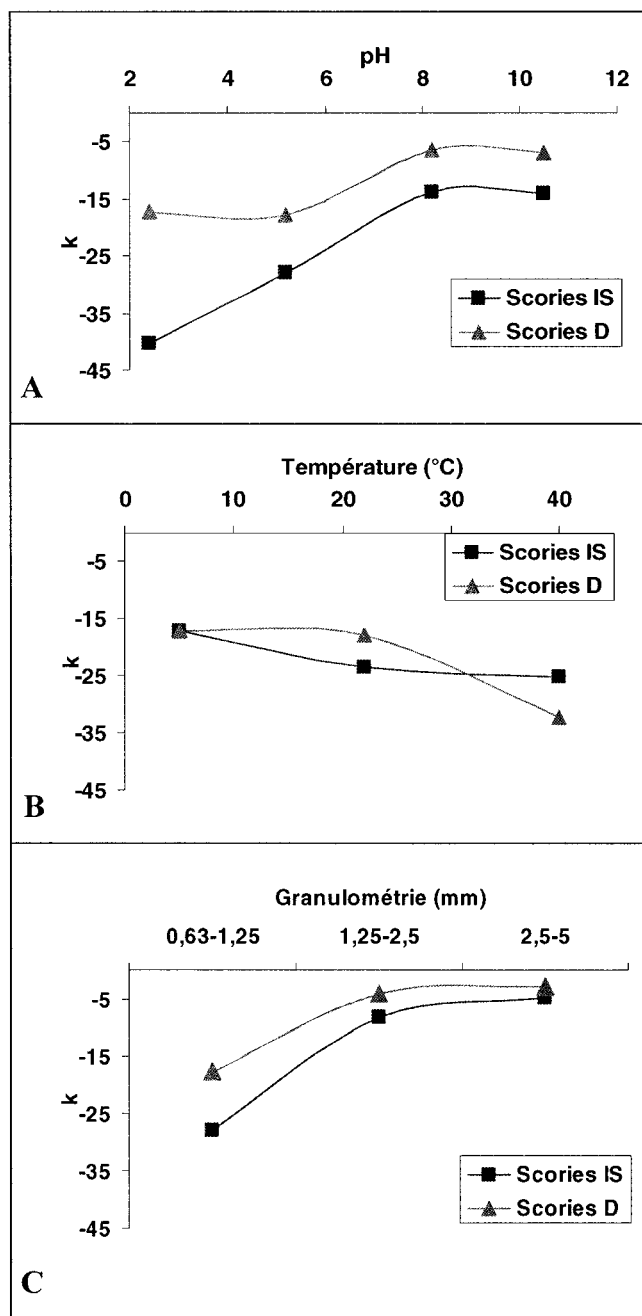


Figure 4.14: Représentation des coefficients de vitesse de réaction de chacun des essais – A: pH; B: Température; C: Granulométrie

4.3.4. Mécanismes réactionnels

Au cours des essais en cuvette, l'évolution de la concentration de différents métaux et sels (Ca, Mg, Mn, Fe, Na, K, Al, Cu, Pb, Zn) a été suivie au cours du temps. Tous les résultats ne se sont pas avérés intéressants mais tous se trouvent en annexe. Dans les paragraphes suivants nous présenterons les résultats qui peuvent permettre de tirer des conclusions quant aux mécanismes réactionnels lors du contact des scories avec une solution phosphorée, soit l'évolution du Ca, de l'Al et du Fe. En effet, ce sont ces trois composés qui sont reportés comme réagissant de manière plus importante avec le P (Stumm et Morgan, 1996). Les résultats seront présentés en fonction du type de scories et du type de composé mesuré pour l'ensemble des expérimentations. Pour les autres résultats une brève analyse sera réalisée dans le paragraphe C.

A) Scories IS

➤ *Évolution du calcium selon les conditions testées au cours du temps*

Les résultats obtenus pour l'ensemble des expérimentations sont présentés sur la figure 4.15.

a) Essai à différents pH_i (figure 4.15A)

Pour un pH_i acide, plus les scories se sont révélées efficaces pour l'enlèvement du P, plus la quantité de Ca relarguée a été importante, surtout dans les premières heures de réaction. L'évolution du Ca a été différente dans l'essai où il n'y avait pas de P (témoin). En effet, on remarque une augmentation progressive de la concentration en Ca relargué qui s'est stabilisée à environ 30 mg/L lorsqu'il n'y avait pas de P en solution, alors qu'en présence de P, beaucoup de Ca a été relargué au début (surtout à un pH acide), puis la quantité de Ca se stabilise puis augmente vers la fin de la réaction lorsqu'il n'y a plus de P en solution.

b) Essai à différentes températures (figure 4.15B)

Cet essai a été réalisé à un pHi de 5,17. Les trois courbes présentent la même allure, soit un relargage important de Ca suivi d'une diminution progressive jusqu'à atteindre un plateau proche de 4 mg/L. Le relargage a été plus important à basse température, lorsqu'il a été mesuré la plus faible efficacité d'enlèvement du P (voir figure 4.9). Cependant la diminution a été plus rapide pour l'essai le plus efficace, à plus forte température.

c) Essai à différentes granulométries (figure 4.15C)

Un relargage important de Ca a lieu dans les premières heures de réaction. Celui-ci est d'autant plus important que la granulométrie augmente (scories les moins efficaces). Puis la quantité diminue progressivement pour les granulométries 1,25-2,5 mm et 2,5-5 mm, alors qu'elle diminue très rapidement pour la granulométrie 0,63-1,25 mm, pour ensuite, dans ce cas, augmenter et se stabiliser à 19 mg/L lorsqu'il n'y a plus de P en solution.

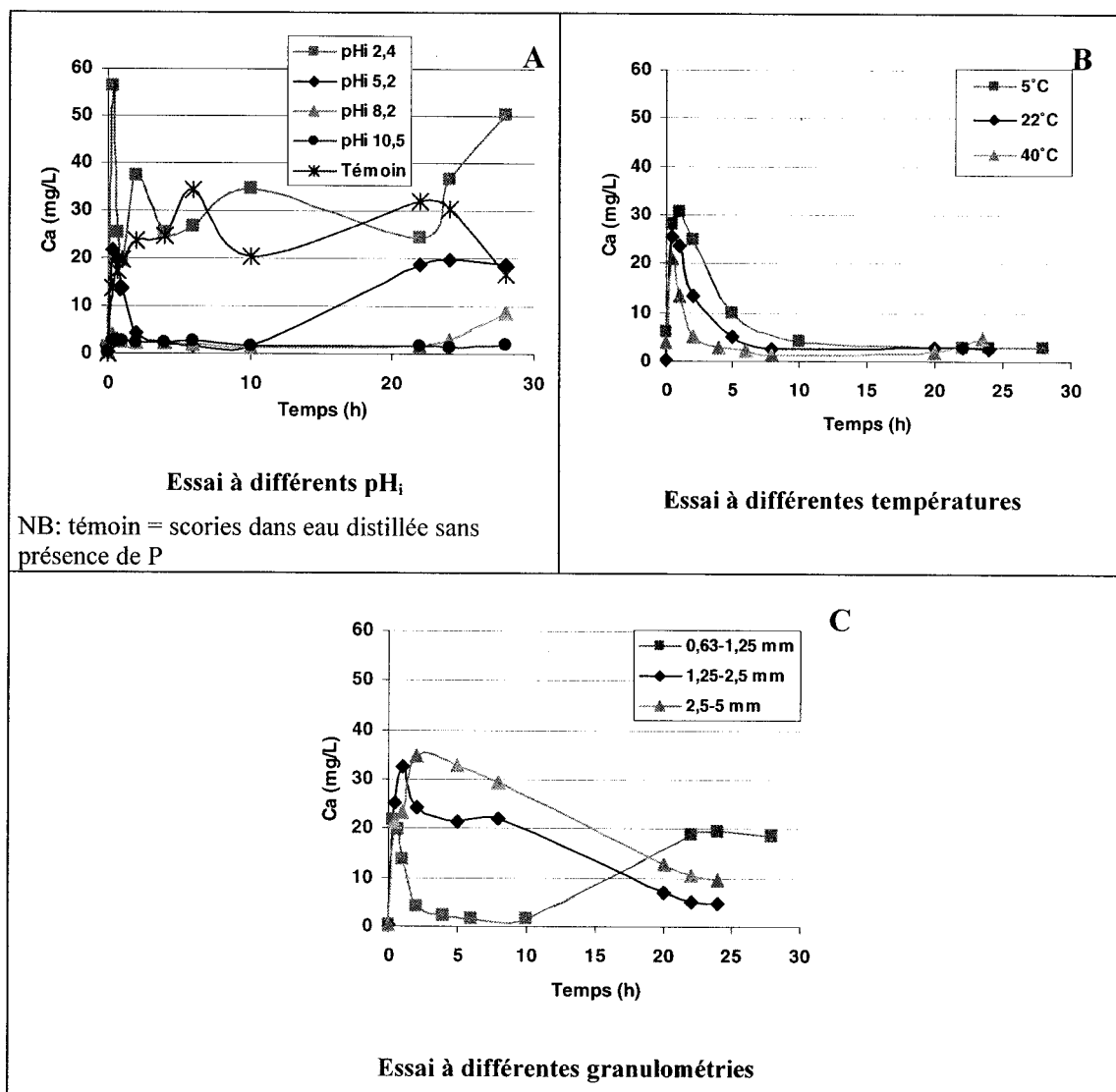


Figure 4.15: Relargage de calcium (scories IS) – A: essais à différents pH_i; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries

Les conclusions suivantes peuvent être tirées des résultats obtenus:

- un pH acide favorise le relargage de Ca contenu dans les scories, ce qui lui permet d'être plus disponible pour des réactions éventuelles avec le P,

- le relargage de Ca est ensuite suivi d'une diminution de la quantité de Ca en solution qui est d'autant plus importante et rapide que l'enlèvement du P a été important,
- si l'on compare la courbe "pHi 5,2" de la figure A qui a été réalisé avec le 1^{er} lot de scories (le plus efficace), et la courbe "22°C" de la figure B qui a été réalisé avec le 2^{ème} lot de scories (le moins efficace), on remarque une différence de l'allure du Ca relargué, notamment à la fin de la réaction. Dans le 1^{er} cas, il n'y a plus de P en solution et l'on remarque une augmentation de la quantité de Ca relargué, alors que dans le 2^{ème} cas, il y a encore du P en solution à la fin de l'expérience, et on ne remarque pas de relargage important de Ca. Par conséquent, cela vient confirmer que lorsqu'il n'y a plus de P en solution, on assiste à une augmentation de la quantité de Ca relargué. Le Ca semble donc participer de manière importante à l'enlèvement du P.

➤ *Évolution du fer selon les conditions testées au cours du temps*

Le suivi du fer n'a été réalisé que pour l'expérience à pH_i variable. En effet, vu les faibles concentrations obtenues nous n'avons pas jugé utile de les mesurer pour les autres essais car les risques d'erreurs étaient trop grands. Les résultats se trouvent sur la figure ci-dessous. Les résultats montrent peu de différences entre les essais, et l'on remarque que le fer en solution reste quasiment identique au cours de l'expérimentation. Les courbes n'ont pas été lissées car nous n'avons aucune information sur les valeurs entre les points mesurés qui sont tout de même très espacés dans le temps.

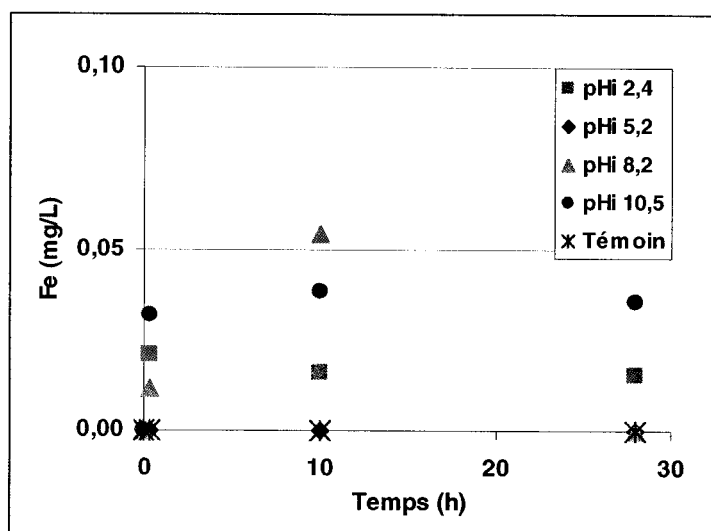


Figure 4.16: Relargage de fer (scories IS)

➤ *Évolution de l'aluminium selon les conditions testées au cours du temps*

Les résultats obtenus pour l'ensemble des expérimentations sont présentés sur la figure 4.17.

a) Essai à différents pH_i

Les essais réalisés en présence de P ont montré peu de relargage d'Al ($< 5 \text{ mg/L}$), mais qui était d'autant plus important que le pH_i était basique. Par contre, lors de l'essai sans

P, on remarque une importante quantité de Al relargué. Il semble donc que l'Al participe à la rétention du P de manière importante par les scories.

b) Essai à différentes températures

A une température inférieure ou égale à 22°C, quasiment pas d'Al n'a été relargué. Par contre, à une température de 40°C, au bout de 5 h, une augmentation significative de la quantité d'Al en solution a été observée, alors qu'il y avait toujours du P présent en solution (voir figure 4.9).

c) Essai à différentes granulométries

Il n'y a pas de Al qui a été relargué pour les granulométries de 1,25-2,5 mm et 2,5-5 mm, contrairement à la granulométrie de 0,63-1,25 mm.

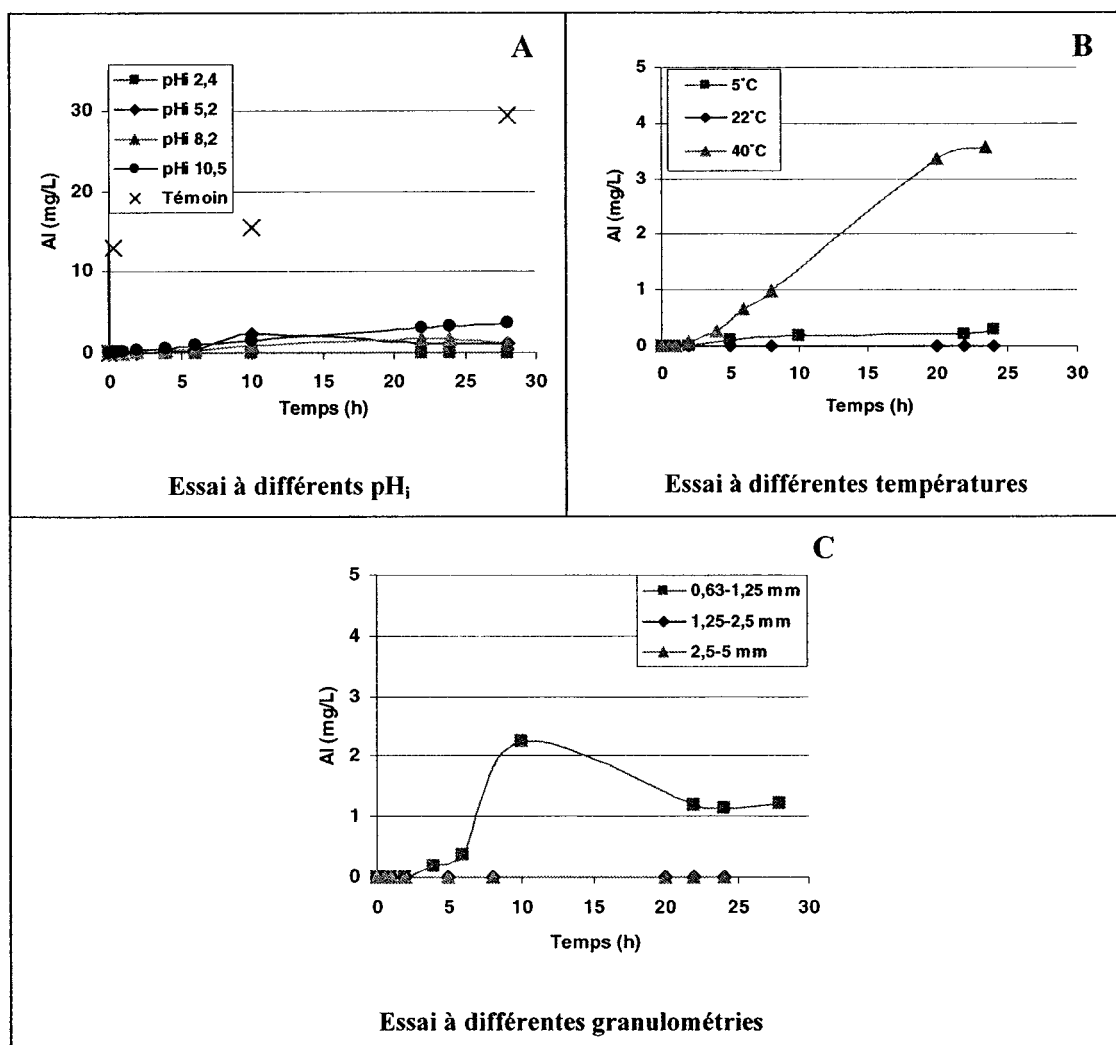


Figure 4.17: Relargage d'aluminium (scories IS) – A: essais à différents pH_i; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries

B) Scories D

➤ *Évolution du calcium selon les conditions testées au cours du temps*

Les résultats obtenus pour l'ensemble des expérimentations sont présentés par la figure 4.18.

Les mêmes remarques que celles faites sur les scories IS peuvent être faites pour les scories D, excepté que dans l'essai témoin réalisé sans P à 22°C, le relargage de Ca a été régulièrement croissant au cours du temps. Pour le reste les mêmes conclusions peuvent être tirées:

- un pH_i acide entraîne un relargage plus important de Ca,
- on observe un relargage important au début de réaction puis la concentration diminue pour se stabiliser à une valeur qui dépend des conditions testées et de la quantité initialement relarguée en solution. Cette diminution est plus rapide lorsque la cinétique d'enlèvement du P est plus rapide,
- une température élevée entraîne un relargage moins important de Ca,
- les mêmes observations peuvent être faites avec une granulométrie plus grande, sauf que les cinétiques sont plus longues: le pic est obtenu après un temps de réaction plus long et la diminution de la quantité de Ca en solution est beaucoup plus lente,
- les quantités de Ca relarguées sont du même ordre de grandeur que pour les scories IS et ce pour toutes les conditions testées.

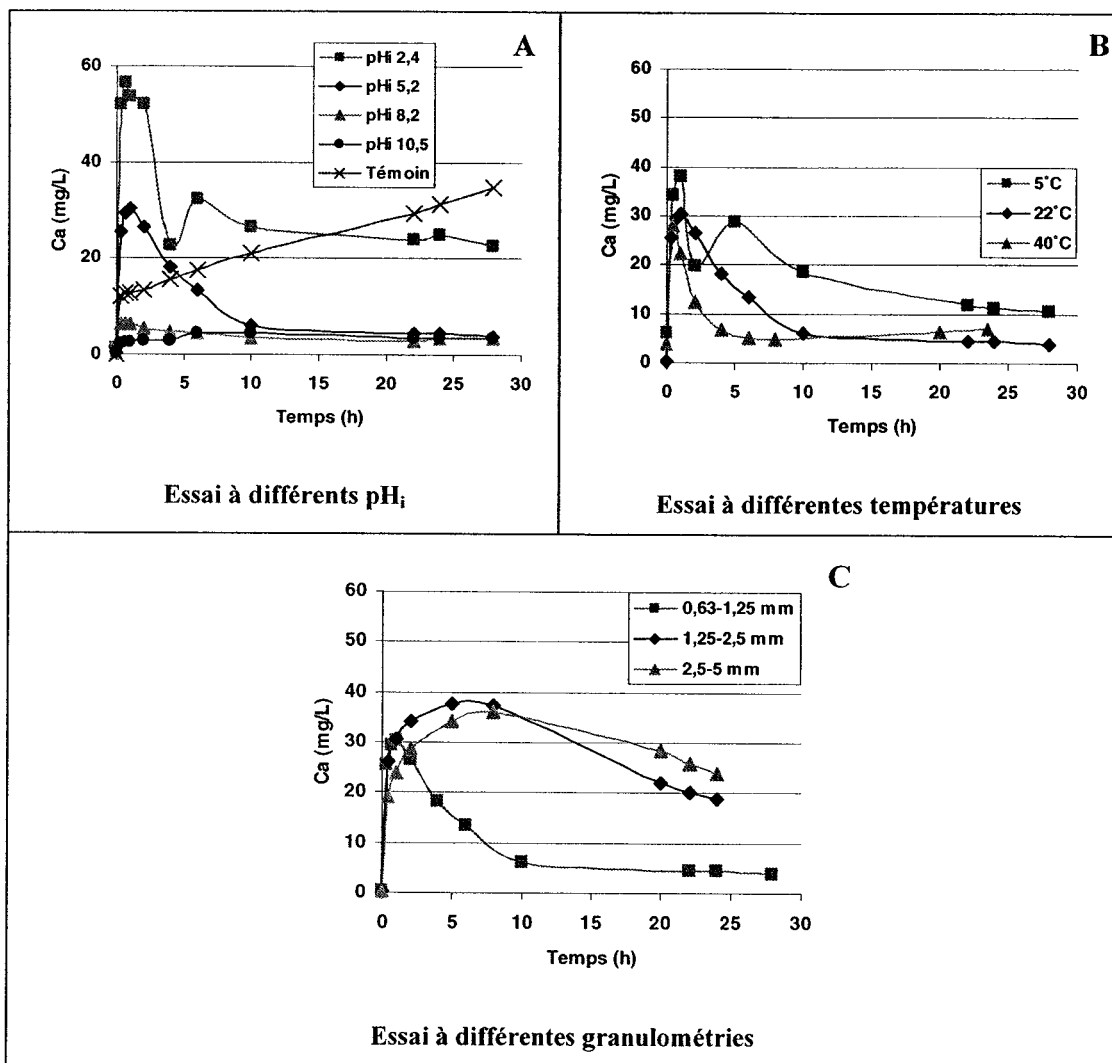


Figure 4.18: Relargage de calcium (scories D) – A: essais à différents pH_i; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries

➤ *Évolution du fer selon les conditions testées au cours du temps*

Comme pour les scories IS et pour les même raisons, le suivi du fer n'a été réalisé que pour l'expérience à pH_i différents. La quantité de Fe relarguée semble du même ordre de grandeur pour l'ensemble des essais, $< 0,05 \text{ mg/L}$, excepté pour l'essai avec du $\text{K}_2\text{HPO}_4 + \text{KOH}$ à un pH_i de 10,5, où il semble y avoir un relargage progressif de Fe au cours de la réaction jusqu'à $0,13 \text{ mg/L}$. Cependant, les valeurs sont trop faibles pour en tirer des conclusions valides (figure 4.19).

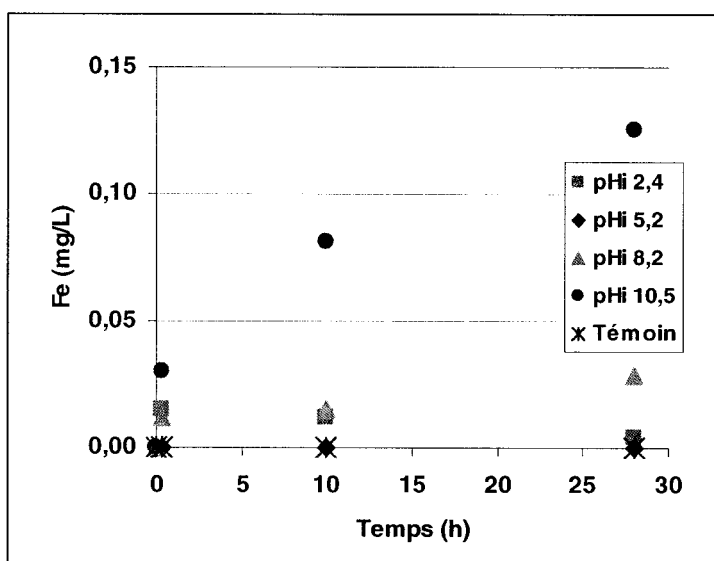


Figure 4.19: Relargage de fer (scories D)

➤ *Évolution de l'aluminium selon les conditions testées au cours du temps*

La même évolution du relargage d'Al pour les scories D que pour les scories IS a été observée (figure 4.20):

- en présence de P, il n'y a quasiment pas d'Al relargué en solution, alors que celui-ci est très important lors du contact d'une solution sans P avec les scories,

- à une température de 5 ou de 22°C, nous n'avons pas observé de relargage en solution d'Al. Par contre, à 40°C, nous en avons observé, mais tout de même avec une concentration inférieure à 0,2 mg/L, ce qui reste relativement faible,
- la granulométrie des scories D n'a pas montré d'influence sur le relargage d'Al. Pas d'Al n'a été relargué.

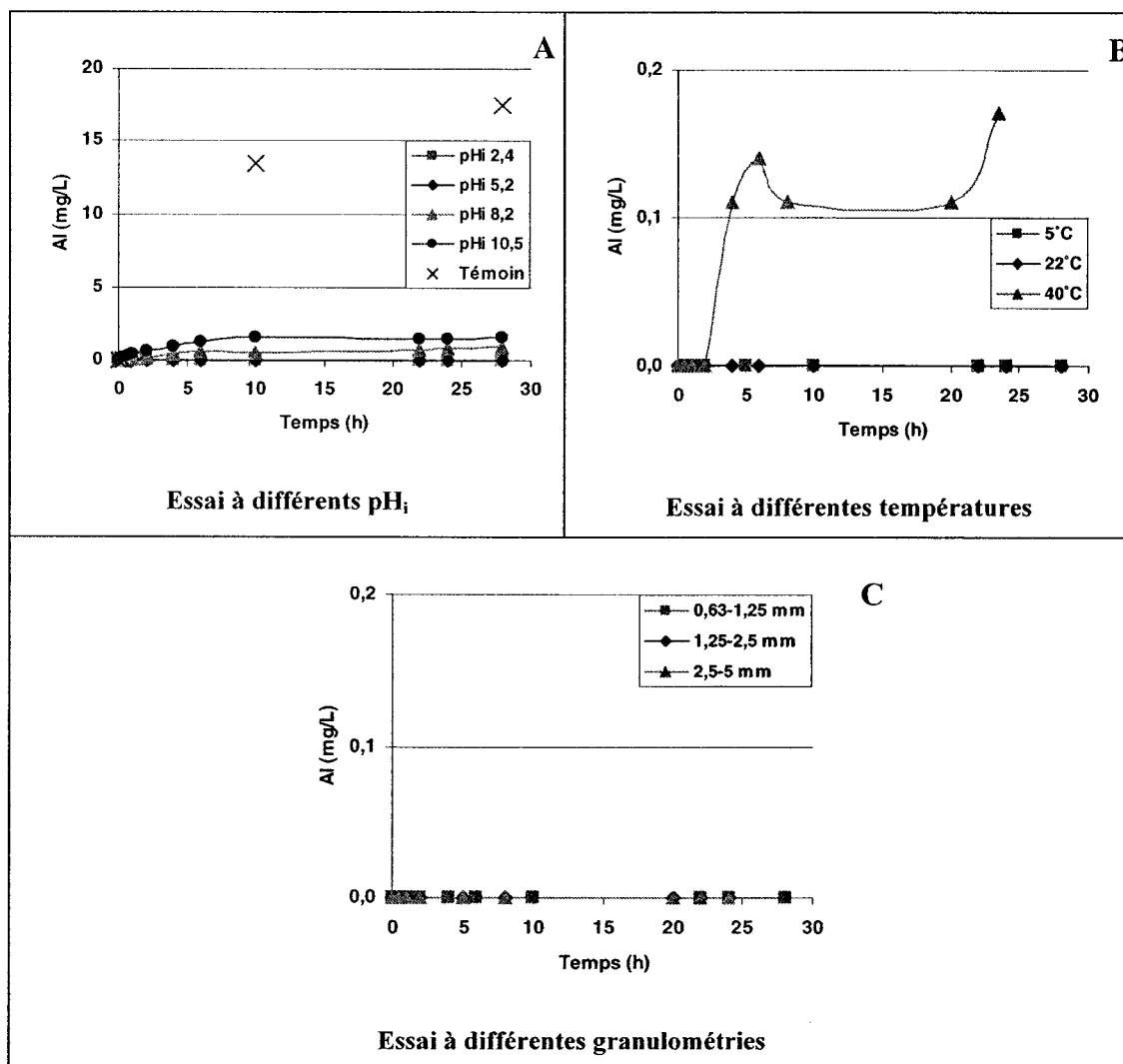


Figure 4.20: Relargage d'aluminium (scories D) – A: essais à différents pH_i; B: essais à différentes températures; C: essais à différentes granulométries

C) Évolution du Mg, Mn, Na, K, Cu, Pb et Zn au cours des essais à pH*i* différents

Les deux scories ont réagi selon des mécanismes d'enlèvement semblables pour les différents éléments mesurés. Tous les résultats se trouvent en annexe.

Pour le magnésium, on observe la même tendance suivant le pH que pour le Ca, soit plus le pH initial est faible plus le relargage est important.

Un pH supérieur à 8 entraîne un relargage de sodium alors que la concentration reste constante lorsque le pH est inférieur à 5. Les scories ne semblent pas avoir d'effet important sur l'absorption ou le relargage du potassium.

Seul l'utilisation de H_3PO_4 a entraîné un relargage rapide de manganèse dans les 20 premières minutes, puis la concentration est redevenue nulle pour les scories IS. Pour les scories D la même tendance a eu lieu sauf que la concentration a diminuée mais n'a pas atteint 0. De plus, la solution de $\text{K}_2\text{HPO}_4 + \text{KOH}$ a vu sa concentration fluctuer au cours du temps.

Pour tous les pH initiaux, aucun relargage de plomb, de zinc ou de cuivre n'a été observé.

Aucun de ces métaux ne semble participer à l'enlèvement du P.

D) Conclusions

Le Ca et l'Al présents à la surface des scories semblent participer de manière importante à l'enlèvement du P en solution. Il faut noter aussi que l'essai étant court (24 à 28 h), d'après la littérature, seules des réactions d'adsorption du P en solution ont lieu à la surface des scories. On peut supposer que les réactions de précipitation peuvent être négligées (Brix, 1993; Stumm et Morgan, 1996; Johansson, 1999a; Forget, 2001; Drizo *et al.*, 2002).

Puisque le pH de stabilité des scories IS est très basique, de l'ordre de 11,3, les résultats trouvés sont en accord avec la littérature. En effet, en milieu basique, la précipitation des

phosphates est favorisée par les ions Ca alors qu'elle est favorisée par les ions Al et Fe en milieu acide (Stumm et Morgan, 1996). Cependant un pH acide favorise la désagrégation des particules de scories, favorisant la libération d'ions Ca et Al libres en solution. Par conséquent, les résultats semblent confirmer qu'un pH initial acide entraîne une libération plus grande d'ions Ca présents à la surface des scories, qui sont alors libres pour réagir avec les ions P présents en solutions. Cela explique en partie que l'efficacité de rétention du P est meilleure à un pH_i acide.

De plus, une granulométrie plus grande, entraîne une diminution des sites réactionnels par diminution de la surface spécifique, ce qui explique que le Ca reste plus longtemps en solution avant de réagir avec les scories et de voir sa concentration diminuer en solution. Une température plus faible, entraîne des réactions plus lentes, ce qui explique la diminution plus lente de la concentration en Ca en solution, donc libre pour réagir avec le P.

D'après les résultats obtenus, l'Al participe aussi à la rétention du P, vu qu'avec une solution de P, la présence d'Al en solution n'a pas été mesurée alors que sans phosphore, les scories ont libéré de l'Al. Cependant, ces résultats ne permettent pas de tirer de conclusion quant au rôle joué par l'Al sur la rétention du P.

4.3.5. Bilans ioniques

Des bilans ioniques ont été réalisés sur les quatre essais à pH_i variable, pour les deux scories et à différents temps de réaction 20 min, 10 h, 28 h de réaction. Ils ont pris en compte les ions mesurées soient: Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , Al^{3+} , Mn^{2+} , OH^- , PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- . Les bilans ont tous eu la même évolution en fonction du temps, un exemple au pH_i de 5,2 avec les scories IS est présenté sur la figure 4.21.

En fonction du temps, le bilan ferme de moins en moins au fur et à mesure que les ions phosphates diminuent en solution. Or vu le pH élevé de la solution, de l'ordre de 11, et le temps de réaction de 28 h, on peut facilement supposer qu'il y a eu une dissolution du

CO_2 de l'atmosphère qui s'est équilibré selon les constantes d'équilibre avec les composants H_2CO_3 , HCO_3^- et CO_3^{2-} . En effet, les contacts avec l'atmosphère ont été minimisés car les flacons étaient fermés par des bouchons, cependant, nous n'avons pas travaillé sous vide, donc un équilibre avec l'atmosphère s'est produit. Nous n'avons malheureusement pas mesuré les ions carbonates présents en solution, par conséquent nous ne pouvons pas valider nos bilans.

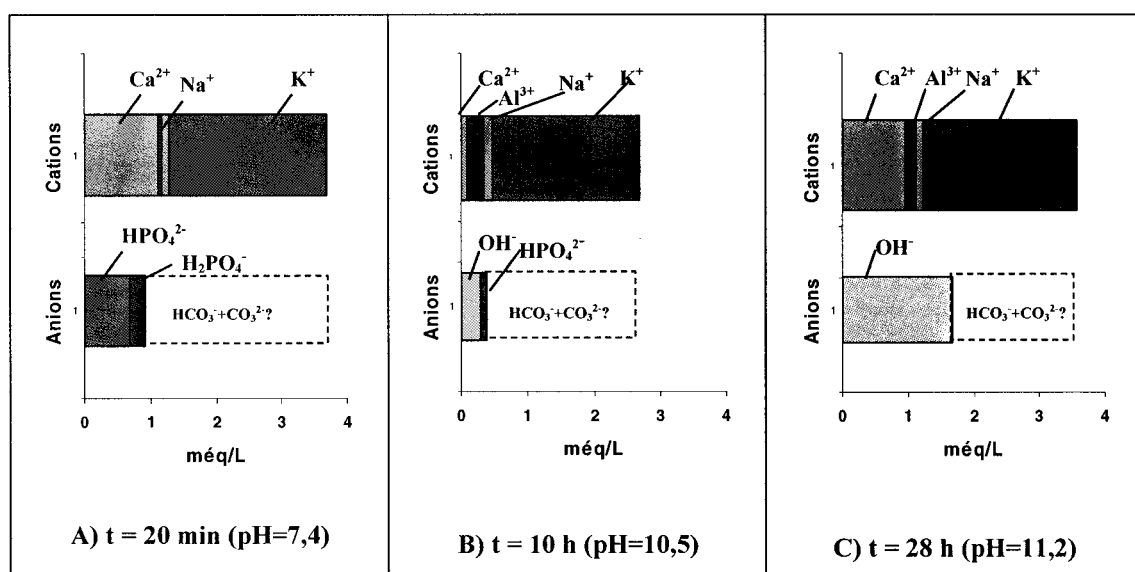


Figure 4. 21: Exemple de bilans ioniques sur l'essai à pHi=5,2 avec IS ; extrapolations pour les valeurs des carbonates – A) à 20 min; B) à 10 h; C) à 28 h

4.3.6. Influence de la diminution de volume au cours de l'expérience

La manière dont les prélèvements ont été réalisés a entraîné au cours de la durée de chacune des expériences, une diminution du ratio solide/liquide. En effet, chaque prélèvement entraînait une diminution de 20 mL de solution. Afin de vérifier l'impact que cela a entraîné sur l'efficacité de rétention du P par les scories, des témoins ont été réalisés dans la plupart des cas, pour lesquels seulement un prélèvement était réalisé au

bout de 10 h de réaction. Les mêmes paramètres que pour les autres essais étaient mesurés sur cet échantillon ainsi qu'à la fin de la réaction.

Sur les figures suivantes, la comparaison entre l'efficacité mesurée au cours de l'essai où de nombreux prélèvements étaient réalisés et l'efficacité pour le témoin où le volume était constant, est présentée.

On remarque qu'au bout de 28 h, la différence d'efficacité est de l'ordre de 15 %. Par conséquent, les résultats ont pu être affectés par notre technique de manipulation, cependant, les conclusions restent tout à fait valides.

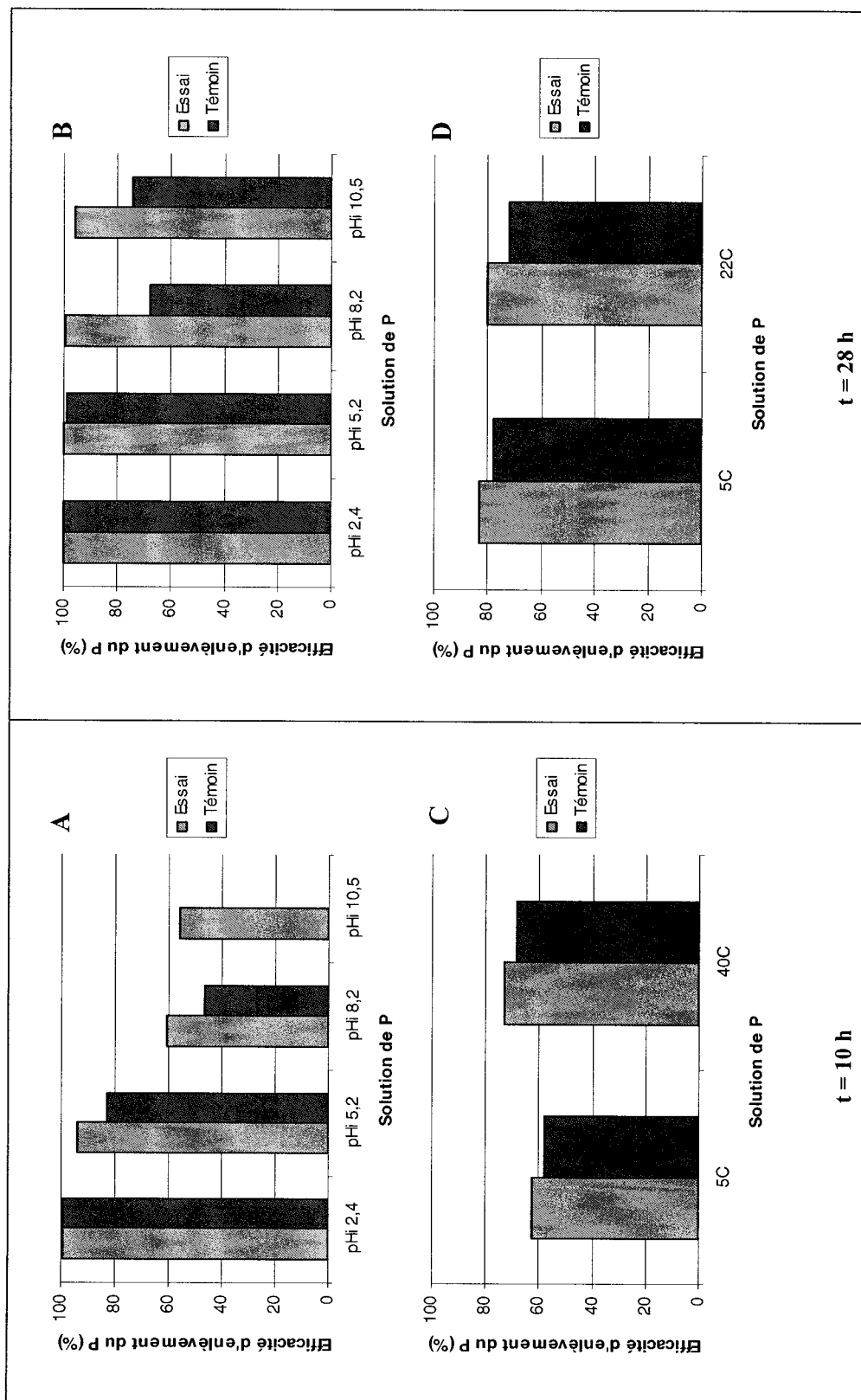


Figure 4.22: Essai témoin – influence de la diminution de volume au cours du temps sur l'efficacité des sories IS – A et B: essais à différents pH; C et D: essais à différentes températures

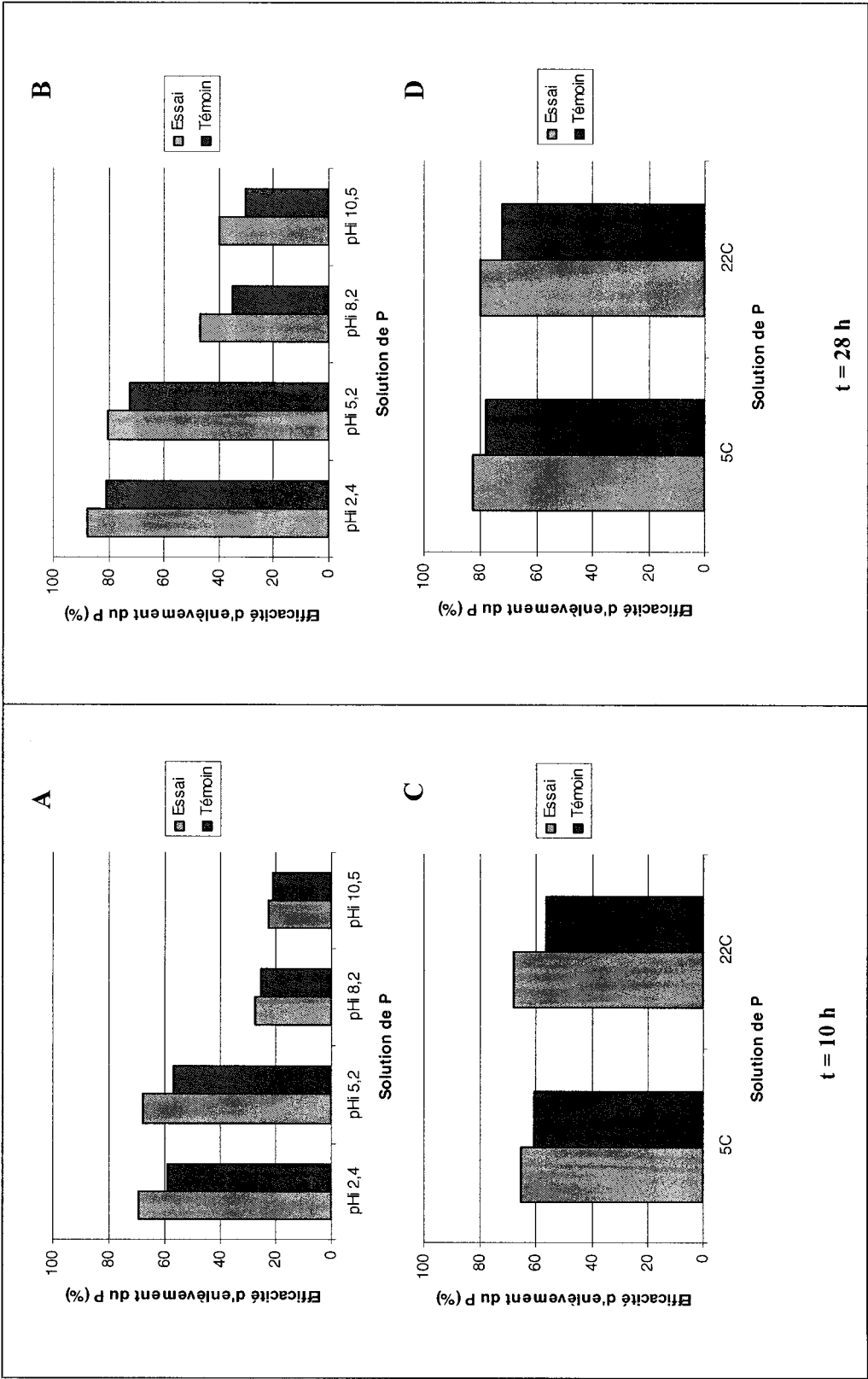


Figure 4.23: Essai témoin – influence de la diminution de volume au cours du temps sur l'efficacité des scories D– A et

B: essais à différents pH; C et D: essais à différentes températures

4.4. Essais en colonnes (solution de Phosphore)

4.4.1. Objectifs

L'objectif principal des essais en colonnes était de définir, à moyen terme, l'efficacité d'enlèvement du phosphore par deux types de scories différents choisis préalablement pour leur efficacité par des essais en cuvette (Soulard, 2001): scories FAE de Ispat Sidbec (notées IS) et scories HF de Dofasco (notées D).

Les objectifs spécifiques étaient de:

- caractériser la performance d'enlèvement du P par des matériaux préalablement testés par des analyses minéralogiques et chimiques,
- déterminer l'influence du mode d'alimentation des colonnes et de la concentration en phosphore de l'affluent sur l'efficacité des scories,
- évaluer la contribution des divers mécanismes d'enlèvement du phosphore.

Les performances d'enlèvement du P pour les différentes conditions testées seront tout d'abord présentées. Puis nous présenterons l'analyse des précipités qui se sont formés sur la surface des scories. Enfin, nous intégrerons les résultats pour évaluer et caractériser les mécanismes réactionnels d'enlèvement du P.

4.4.2. Performances d'enlèvement du phosphore

Deux conditions de fonctionnement des colonnes de scories ont été expérimentées.

A) Condition 1: affluent à concentration élevée et fixe en phosphore: 200 mg P/L

Sur la figure 4.24, l'évolution de la concentration en o-PO_4 , à l'entrée et à la sortie de chacune des colonnes est représentée. Dans cette première expérience, une colonne remplie de scories Ispat Sidbec (IS) et une colonne remplie de scories Dofasco (D), ont été alimentées à une concentration élevée et fixe de 200 mg P/L.

Dès les premiers jours, les scories n'ont pas été capables de retenir la totalité du phosphore. Les scories D n'ont retenu que 50 % du P le premier jour, puis l'efficacité a rapidement chuté pour devenir inférieure à 10 %. Les scories IS, quant à elles, ont eu une efficacité supérieure à 50 % durant les 100 premiers jours, puis l'efficacité a chuté progressivement pour devenir inférieure à 10 % au bout de 150 jours.

Après 350 jours de fonctionnement, les scories retenaient moins de 5 % du phosphore, nous avons donc diminué la concentration d'alimentation à 100 mg P/L, pour vérifier si avec une concentration plus faible de P, il était possible de régénérer les scories et d'améliorer leur performance. Comme nous pouvons le constater, cela n'a pas amélioré le rendement des colonnes. De ce fait, l'expérimentation a été arrêtée après 475 jours de fonctionnement.

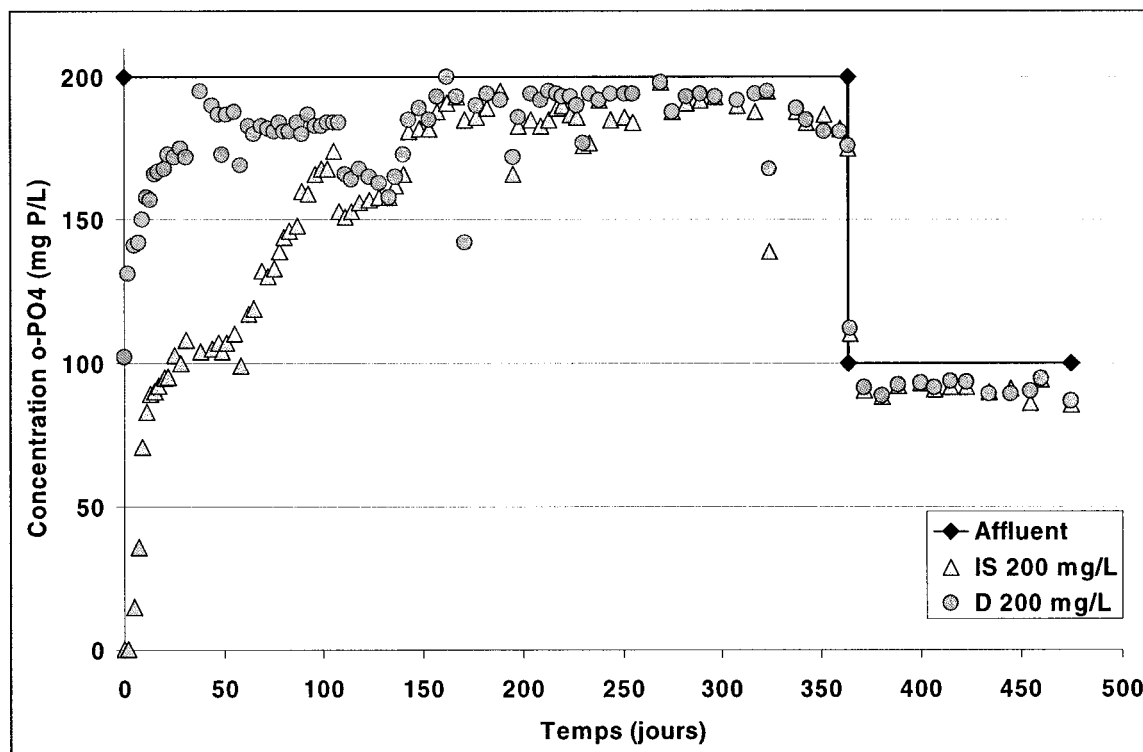


Figure 4.24: Enlèvement des o-PO₄ au cours de l'expérience 1 à concentration d'entrée fixe en P

B) Condition 2: affluent à concentration variable en phosphore

Au cours de cette 2^e expérimentation, nous avons testé l'effet d'une augmentation de la concentration en P à l'entrée des colonnes, sur l'efficacité de rétention du P par les scories.

La figure 4.25 représente l'évolution de la concentration en P à l'entrée et à la sortie de chaque colonne. Nous n'avons pas suivi les mêmes conditions de fonctionnement pour chaque type de scories. Pour les scories Ispat Sidbec, nous sommes passés de 20 à 40 puis 80 et enfin 120 mg P/L. Lors du passage de 80 à 120 mg P/L, une diminution de l'efficacité d'enlèvement du P a été observée alors qu'auparavant elle était proche de 100 %. Nous avons alors continué à alimenter à 120 mg P/L jusqu'à la fin de l'expérimentation. Lors du passage à 120 mg P/L, l'efficacité a rapidement chuté pour se stabiliser à 50 % durant environ 100 jours. Puis l'efficacité a diminué progressivement jusqu'à devenir inférieure à 5 % au 475^e jour. Nous avons alors arrêté l'expérimentation. Pour les scories Dofasco, lorsque nous sommes passés de 20 à 40 mg P/L, nous avons tout de suite remarqué une forte diminution d'efficacité. Nous sommes donc restés à 40 mg P/L jusqu'à la fin de l'expérimentation. Le passage à 40 mg P/L a entraîné une diminution rapide du rendement jusqu'à 10 %, puis le rendement a diminué plus progressivement jusqu'à moins de 1 % à la fin de l'expérimentation.

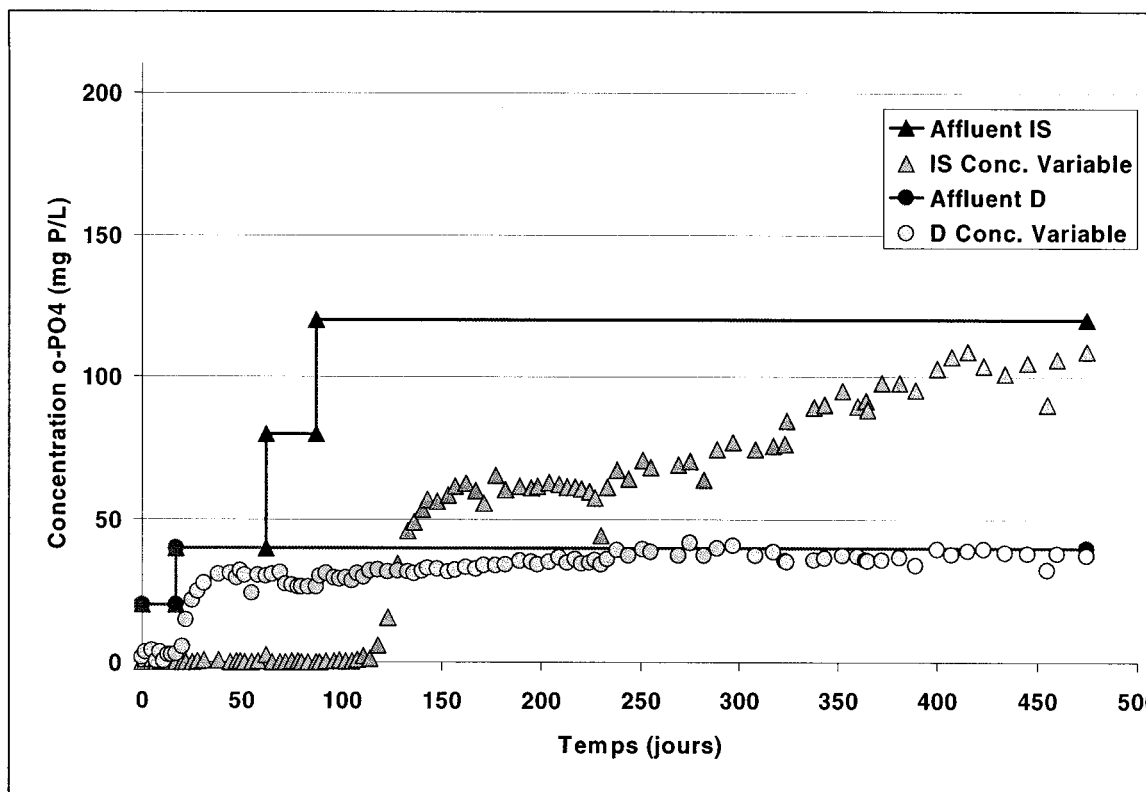


Figure 4.25: Enlèvement des o-PO₄ au cours de l'expérience 2 à concentrations variables en P

4.4.3. Corrélation entre le pH et l'efficacité d'enlèvement du P

La figure 4.26 montre l'évolution en A: de l'efficacité d'enlèvement des o-PO₄ en fonction du temps et en B: du pH de l'effluent en fonction du temps.

Il existe une corrélation entre le pH mesuré à l'effluent et l'efficacité d'enlèvement du P. En effet, une diminution de pH à l'effluent se traduit par une diminution de l'efficacité d'enlèvement du P, et ce, quelque soient les conditions testées et les scories utilisées.

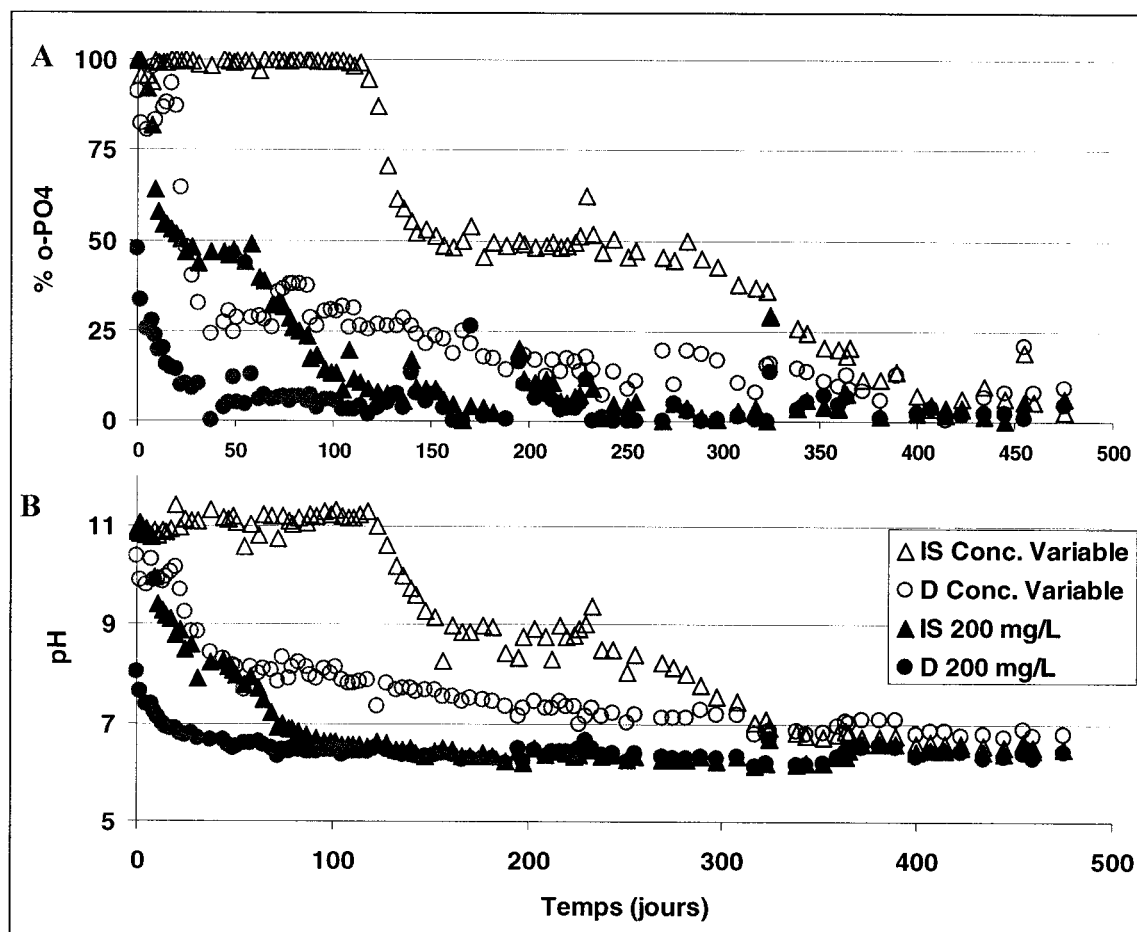


Figure 4.26: Corrélation entre l'efficacité d'enlèvement du P (A) et le pH de l'effluent (B)

Pour les scories IS, qui se sont avérées être les plus efficaces, le pH de l'effluent lorsque l'efficacité est de 100 %, est de l'ordre de 11. Alors que pour les scories D, le pH de l'effluent lorsque l'efficacité est de 100 %, est de l'ordre de 10.

Afin de montrer de manière plus claire cette corrélation pH-efficacité, nous avons représenté sur la figure 4.27, l'efficacité en fonction du pH, pour chacune des scories. Pour avoir un enlèvement du P supérieur à 95 %, il faut un pH > 10,7 pour les scories Ispat Sidbec et un pH > 10 pour les scories Dofasco.

Pour chaque type de scories, bien que les conditions testées dans chaque expérience aient été différentes, on observe la même corrélation entre le pH et l'efficacité. Par

conséquent, il existe un lien entre le relargage d'ions OH^- et la capacité de rétention du P. Un échange à la surface des scories se fait entre les ions OH^- et les ions phosphates, permettant ainsi l'adsorption des o-PO_4 à la surface des scories. De plus, les ions OH^- interviennent dans la formation de l'HAP. On peut donc supposer que quand des ions OH^- sont libérés, ceux-ci peuvent alors réagir avec le Ca libéré par les scories et les ions P présents en solution pour former un précipité de phosphate de calcium.

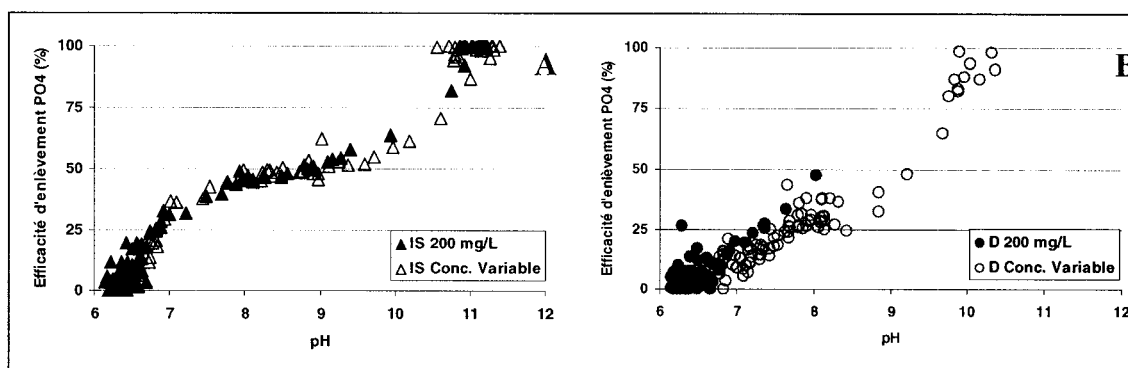


Figure 4.27: Enlèvement du P en fonction du pH – A: scories IS; B: scories D

4.4.4. Capacité d'enlèvement du phosphore par les scories d'aciéries

La capacité d'enlèvement du phosphore par les matériaux réactifs est une caractéristique essentielle pour la conception d'un système de traitement. Elle permet de déterminer la masse de phosphore totale que le matériau pourra enlever et donc d'évaluer la longévité à pleine échelle d'un système. En représentant la quantité de phosphore enlevée (g P/kg scories) en fonction de la quantité de phosphore ajoutée (g P/kg scories), cela permet de déterminer l'efficacité de chaque matériau en fonction de la durée de fonctionnement du système de traitement utilisé (figure 4.28).

La figure 4.28 représente la quantité de phosphore enlevée en fonction de la quantité de phosphore ajoutée pour les 4 essais. Pour faciliter la lisibilité du graphique, nous avons tracé en pointillés les courbes de 100 %, 50 %, 25 % et 10 % d'efficacité. On remarque que les courbes diffèrent dépendamment du type de scories mais aussi des conditions testées.

Les scories IS ont un potentiel d'enlèvement du P beaucoup plus élevé que les scories D, quelque soient les conditions testées. Lors de l'essai à 200 mg P/L, les scories IS ont enlevé 4,5 g P/kg de scories alors que les scories D n'ont enlevé que 2,8 g P/kg de scories. Lors de l'essai à concentration variable, les scories IS et les scories D ont enlevé respectivement 6,6 g P/kg de scories et 2,7 g P/kg de scories. Les scories IS présentent donc une capacité de rétention du P environ deux fois plus importante que les scories D.

Pour les scories D, environ la même quantité de P a été enlevée pour les deux expériences. Cependant, pour une concentration en P plus faible (40 mg P/L contre 200 mg P/L), pour la même quantité de P ajoutée, la capacité de déphosphatation était plus importante dans le cas d'une plus faible concentration en P à l'affluent.

Pour les scories IS, nous avons observé la même chose, mais de manière beaucoup plus flagrante car lors de l'utilisation d'une concentration plus faible (< 120 mg P/L contre 200 mg P/L), la capacité de rétention du P par les scories a été supérieure de plus de 40 %.

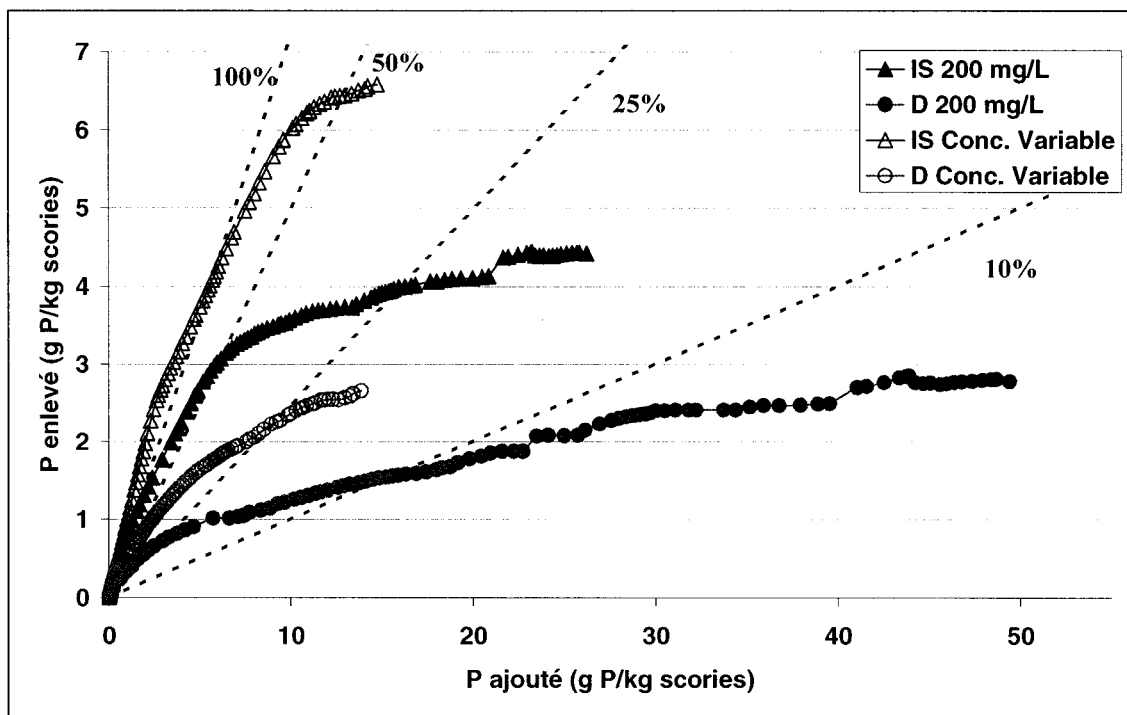


Figure 4.28: Comparaison de l'efficacité d'enlèvement du P en fonction de la quantité de P ajoutée pour chacun des essais

Il est probable que l'utilisation d'une trop forte concentration en P a entraîné une saturation des sites réactionnels, ce qui a empêché les échanges entre la surface des scories et la solution et a entraîné une diminution de la capacité de rétention du P. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons représenté sur la figure 4.29, la différence entre la concentration à l'affluent et à l'effluent de chaque colonne en mg P/L en fonction du temps.

Pour les scories IS, (figure 4.29A) lorsque l'on a augmenté la concentration de 20 à 40 puis 80 mg/L, les scories ont retenu tout le P. Par contre, lors du passage de 80 à 120 mg P/L, les scories ont, durant 20 jours, retenues tout le P, puis l'efficacité a rapidement chuté pour se stabiliser à une rétention d'environ 60 mg P/L pendant environ 150 jours, avant de voir leur efficacité diminuer progressivement. La même remarque peut-être faite avec les scories D, qui ont pu retenir environ 15 mg P/L durant environ 150 jours, avant de voir leur efficacité diminuer progressivement.

Lors de la 2^e expérience, on a constaté le même phénomène, mais de manière moins flagrante car la concentration était beaucoup trop élevée dès le départ, ce qui fait que les scories ont rapidement été saturées et n'ont plus pu retenir de P. Cependant, les scories IS ont été capables de retenir plus de 80 mg P/L pendant environ 60 jours. Les scories D ont pu, quant à elles retenir plus de 15 mg P/L pendant environ 80 jours.

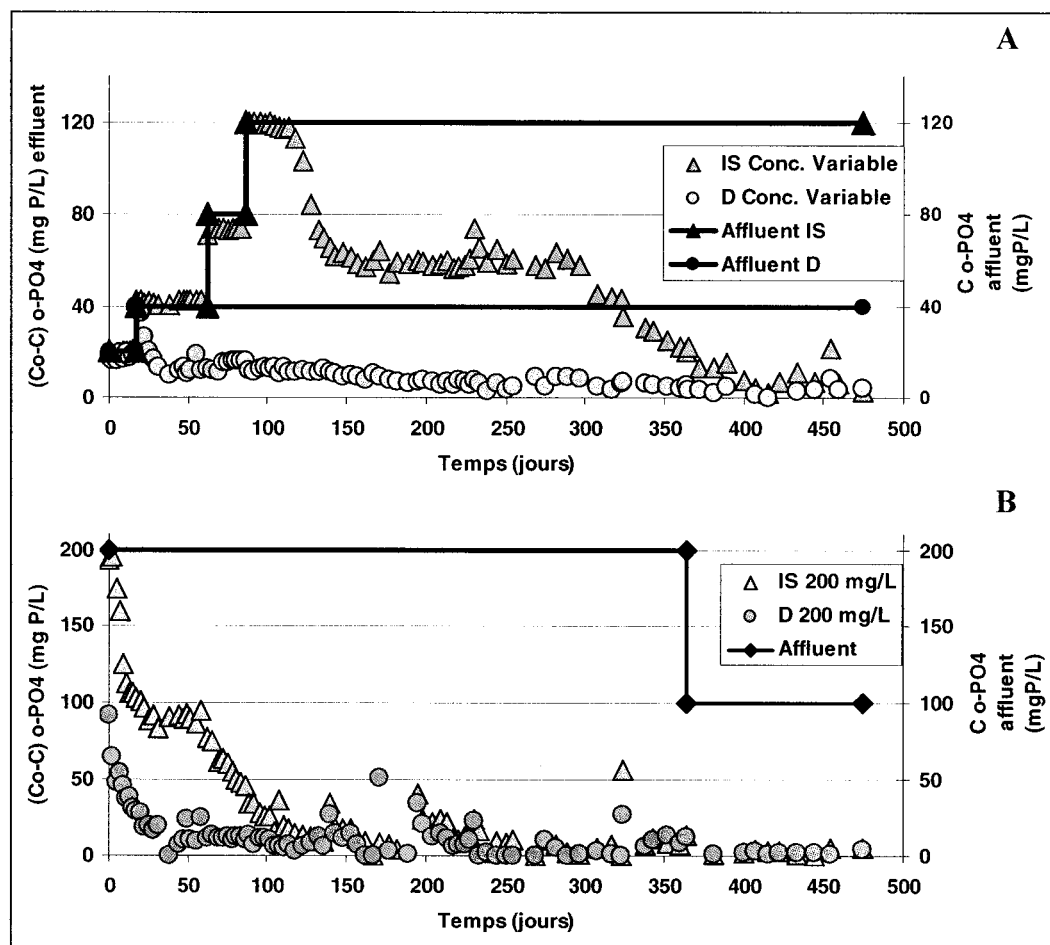


Figure 4.29: Quantité de phosphore retenue en fonction du temps – A: concentration variable; B: concentration fixe (Co: concentration en P à l'affluent; C: concentration en P à l'effluent)

De plus, il est probable que lors de l'augmentation de la concentration en P, les scories n'ont pas pu fournir une quantité suffisante d'ions Ca et OH⁻ pour réagir avec la totalité

des ions phosphates présents en solution, ce qui a diminué leur efficacité. Cette hypothèse sera discutée dans le paragraphe 4.4.6.

4.4.5. Démontage des colonnes

Lors du démontage des colonnes, une nette différence en terme de précipités a été observée entre les colonnes. La colonne la plus efficace a été celle où plus de précipité s'était formé à la surface des scories. De plus, la quantité de précipité était très importante sur les scories IS, mais faible voire invisible à l'œil nu sur les scories D. Pour fin de comparaison, nous avons pris une photographie de chacune des colonnes juste avant qu'elles soient démontées (Figure 4.30).

Les analyses par diffraction des rayons-X des précipités blancs qui s'étaient formés sur les deux types de scories ont révélé qu'il s'agissait principalement d'hydroxylapatite (voir figure 4.31). Sur les graphiques, la première série de pics représente les pics du précipité analysé ("peak list") et la seconde représente les pics standards de l'hydroxylapatite ("24-0033"). Le logiciel d'analyse des spectres de diffraction a révélé que le seul précipité dont le spectre correspondait étroitement à celui trouvé était, dans les deux cas, de l'hydroxylapatite.

De plus, l'analyse de la composition des précipités a été réalisée par LECO pour le C et par absorption atomique pour les autres éléments. Les résultats se trouvent dans le tableau ci-dessous. Le phosphore contenu dans le précipité des scories D n'a pas pu être analysé car la quantité de précipité était trop petite.

Tableau 4.4: Composition chimique des précipités formés sur la surface des scories

	IS (%)	D (%)
Ca	34	28
Mg	0,34	0,67
P	15	?
Al	0,06	2,9
Fe	0,25	0,47
Na	0,05	0,12
K	0,04	0,13
C	0,36	1,0
Autre	49,9	66,7


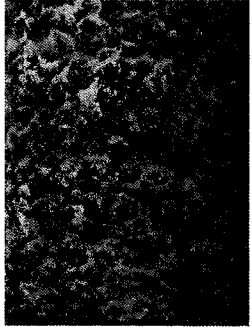

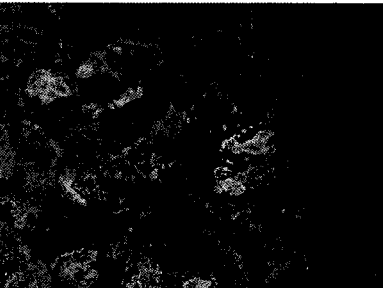

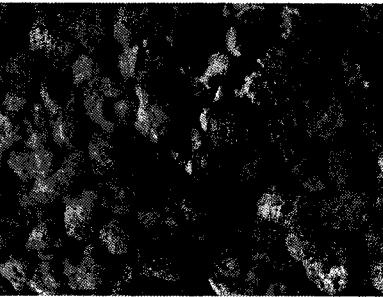
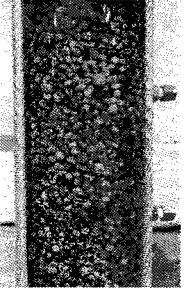

	Vue générale	Grossissement
IS conc variable		
IS 200 mgP/L		
D conc. Variable		
D 200 mgP/L		

Figure 4.30: Observation des précipités formés sur les scories juste avant le démontage des colonnes

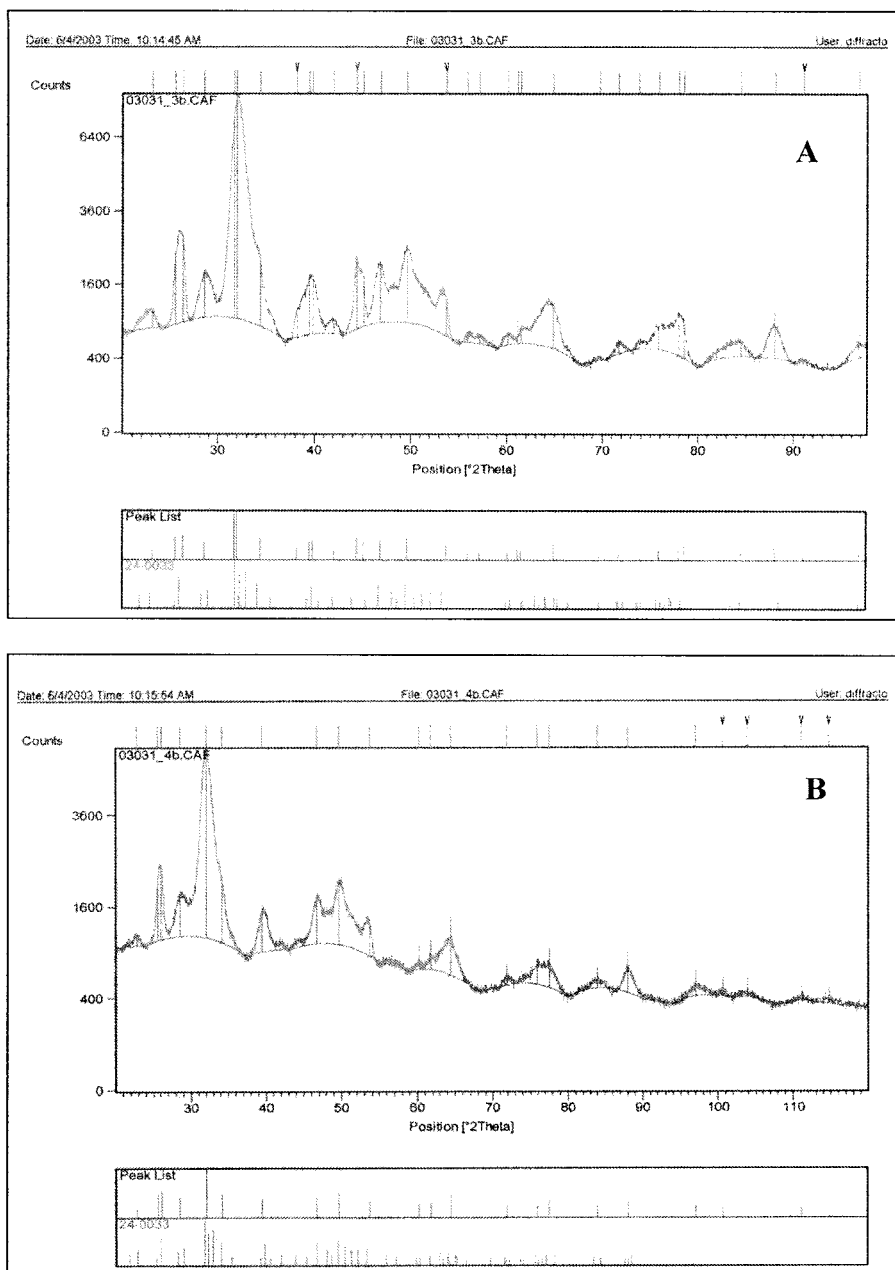


Figure 4.31: Clichés de diffraction par rayons X des précipités - A: scories IS; B: scories D

4.4.6. Mécanismes réactionnels d'enlèvement du phosphore

A) Suivi du relargage de métaux au cours de l'expérimentation

Au cours de l'expérimentation, nous avons suivi le relargage de différents métaux (Ca, Mg, Fe, Al, Mn, Pb), afin de comprendre les mécanismes impliqués dans la rétention du P, mais aussi pour s'assurer que les scories ne relargaient pas de métaux nocifs pour l'environnement. Au cours de l'expérimentation, pas de fer, ni d'aluminium ni de plomb n'ont été retrouvés dans l'effluent des quatre colonnes durant les 250 premiers jours de fonctionnement. Seule la colonne contenant les scories D alimentée à 200 mg P/L a relargué du manganèse mais en très faible quantité ($< 0,4$ mg/L). Nous n'avons donc pas jugé nécessaire de continuer à mesurer ces éléments dans la suite de l'expérimentation, excepté au cours du dernier échantillonnage, qui n'a pas révélé la présence de Fe, Al, Mn ni Pb à l'effluent de chacune des colonnes.

Le calcium et le magnésium ont été mesurés tout au long de l'expérimentation. Les résultats obtenus se trouvent sur les figures 4.32 et 4.33. Le Ca a été relargué en quantité relativement importante par les deux types de scories testés. La concentration en Mg a été quant à elle inférieure à 5 mg/L et a été relativement constante et semblable pour toutes les colonnes. Elle ne présente donc pas de réel intérêt pour la compréhension des mécanismes vu que le Mg ne semble pouvoir réagir avec le P que sous forme de struvite qui nécessite la présence de N (Stumm et Morgan, 1996). Dans notre cas, vu que nous sommes en présence d'une solution artificielle, celle-ci ne contient pas de N, mise à part l'azote atmosphérique qui aurait pu se dissoudre. Cependant, il est peu probable que le Mg participe, dans notre cas, de manière importante aux mécanismes de rétention du P. Par contre, le Mg présent entraîne une augmentation de la dureté de notre effluent.

Pour le Ca, on remarque que les concentrations à l'effluent diffèrent de manière importante suivant les conditions testées. En effet, les colonnes qui ont fonctionné avec une forte concentration en P et qui, comme nous l'avons vu (cf 4.4.3), se sont révélées les moins efficaces, ont relargué du Ca de manière plus importante.

Sur la courbe de "IS conc.variable" de la figure 4.32, on remarque qu'avant le 120^e jour, la concentration en Ca semble fluctuer de manière importante, puis devient quasiment nulle et finit par augmenter progressivement. Or d'après la figure 4.25, le 120^e jour correspond au moment où l'efficacité des scories a rapidement chuté. Puis après 150 jours où peu de calcium a été relargué, la concentration en Ca a fini par augmenter, allant se stabiliser quasiment à la même concentration que pour les autres colonnes.

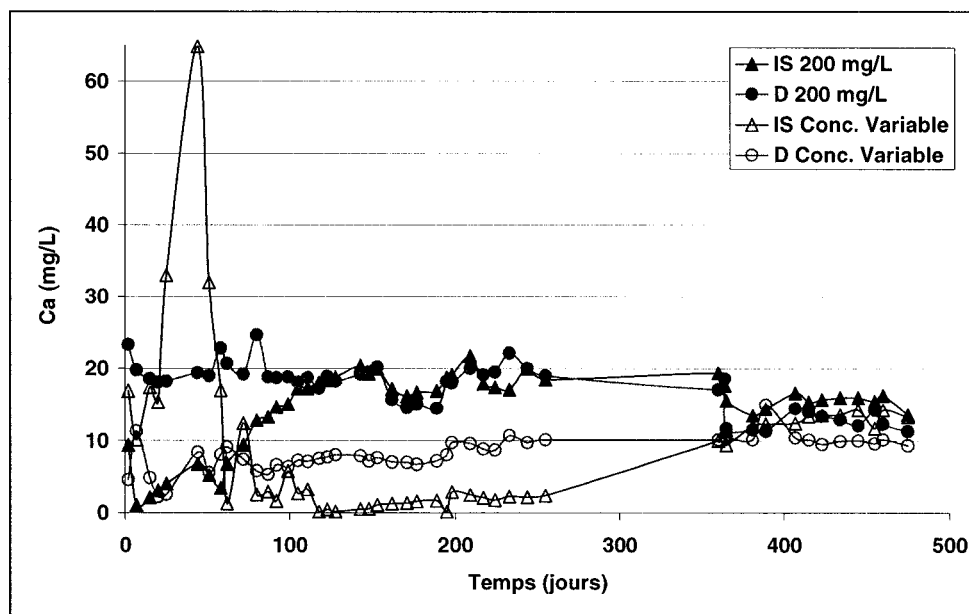


Figure 4.32: Relargage de calcium par les scories

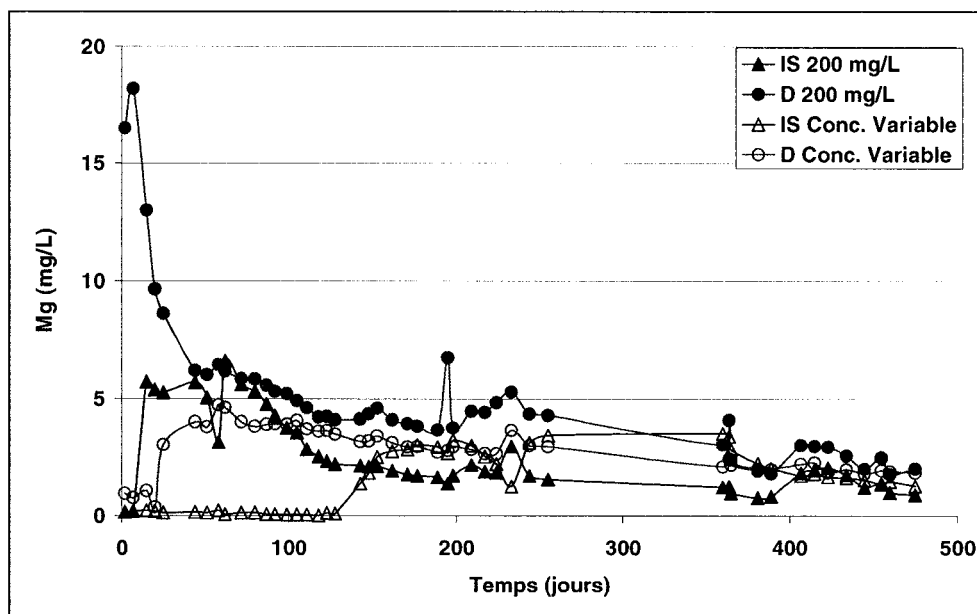


Figure 4.33: Relargage de magnésium par les scories

Afin de mieux comprendre les relations existant entre le P, le pH et le Ca, nous avons représenté leur évolution sur la figure 4.34. Nous ne nous sommes intéressé qu'aux expériences à concentration variable, qui ont vu des fluctuations importantes au cours du temps, pour les deux scories.

Sur la figure 4.34, on voit très clairement qu'à une diminution d'efficacité correspond une diminution du pH, donc une diminution des ions OH^- et à une diminution du Ca en solution. N'oublions pas que les mesures de P, pH et de Ca se font à la sortie des colonnes, donc lorsque toutes les réactions se sont produites, nous mesurons donc l'excès de Ca, de P et d'ions OH^- .

Sur la base des observations obtenues pour les scories IS, les graphiques peuvent être divisés en 3 parties, correspondant à trois périodes et en déduire le tableau suivant:

Tableau 4.5: Corrélation entre OH^- , Ca et enlèvement du P en solution

Période:	I	II	III
Ca disponible	excès	carence	assez
OH^- disponible	excès	assez	carence
% P	100 %	50 %	< 20 %
P disponible	carence	excès	excès

Par conséquent, les scories IS ne pouvant relarguer qu'une quantité finie de Ca et d'ions OH^- en solution, celles-ci ne peuvent enlever qu'une quantité maximale de phosphore, correspondant à une concentration maximale de P contenue dans la solution.

Des analyses de la surface des scories par microscopie électronique à rayons X ont été réalisées afin de confirmer ces résultats et sont présentées dans les paragraphes B et C.

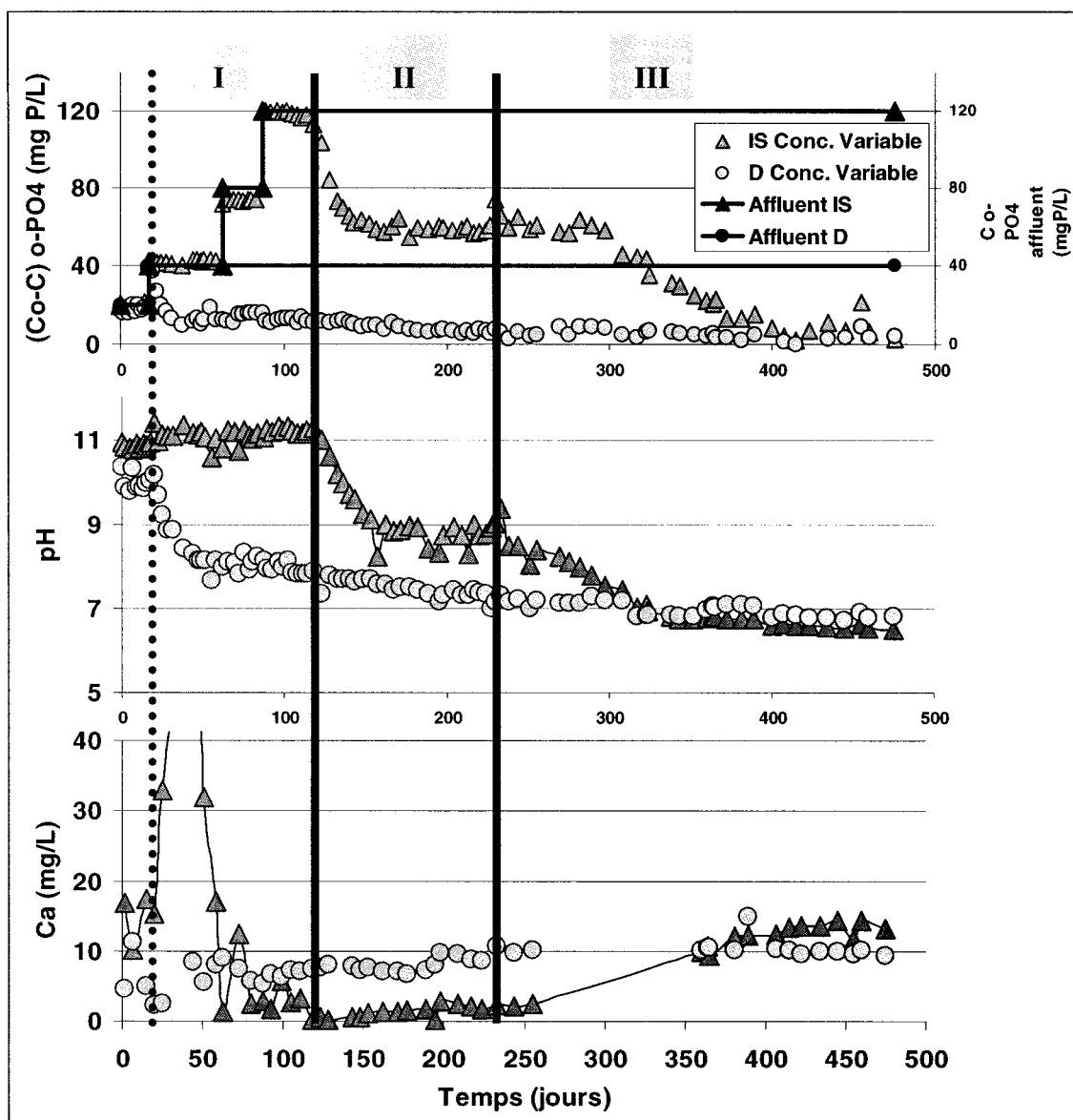


Figure 4.34: Corrélation entre l'enlèvement du P, le pH et le Ca

Afin de comparer les résultats, trois bilans ioniques ont été réalisés pour l'essai "IS conc. Variable", un pour chacune des périodes observées, soit au jour 51, au jour 162 et au jour 455. Les résultats se trouvent sur la figure suivante. Les bilans ne sont pas complets et ne sont pas équilibrés car des paramètres n'ont pas été mesurés comme K^+ et les

carbonates. Cependant ils nous permettent de voir la proportion de chacune des espèces et d'appuyer l'hypothèse précédente.

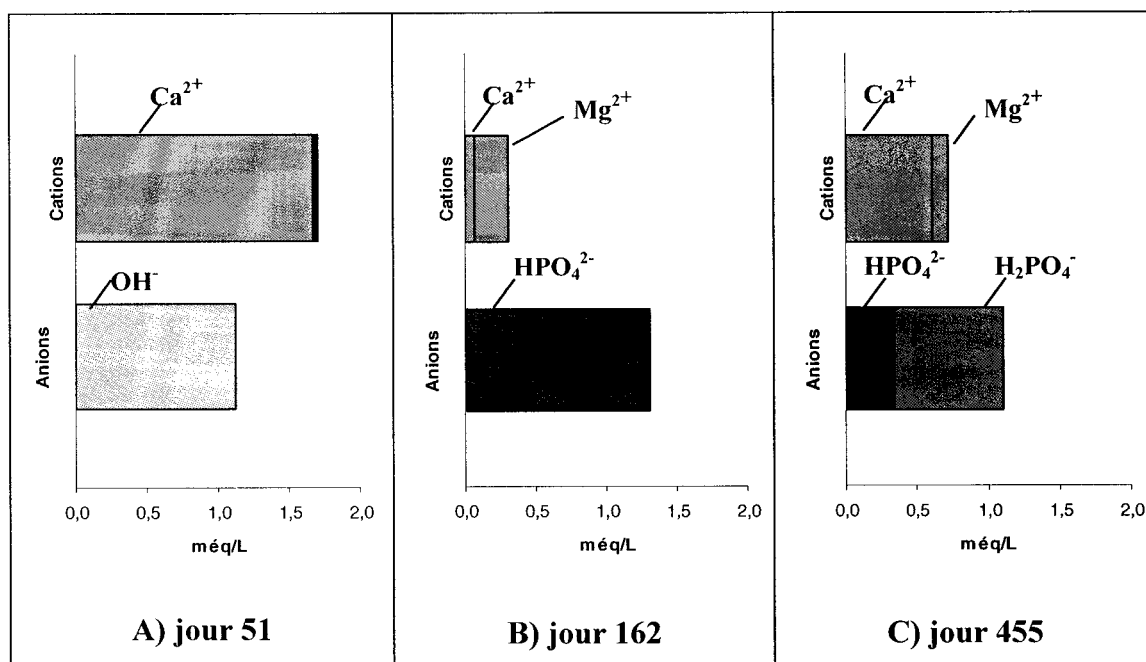


Figure 4.35: Bilans ioniques sur la colonne IS conc. Var. à des périodes différentes (les ions K et carbonates n'ont pas été mesurés) – A: jour 51; B: jour 162; C: jour 455

B) Structure et composition de la surface des scories AVANT RÉACTION par microscopie électronique à balayage (MEB)

Afin de déterminer plus précisément les mécanismes qui se sont produits à la surface des scories lors de l'enlèvement du phosphore, la surface de plusieurs scories avant et après réaction a été observée par microscopie électronique à balayage (MEB). Bien que l'on ne puisse, par cette méthode, observer que quelques scories alors que chaque colonne en contenait des milliers, nous avons essayé d'observer des scories qui semblaient présenter des caractéristiques semblables à plusieurs autres, notamment après le démontage des colonnes.

Scories FAE Ispat Sidbec avant réaction (IS)

Lors de l'observation de la surface de scories IS, nous avons remarqué que celles-ci semblaient assez homogènes quelque soit l'endroit observé et ressemblaient aux photos de la figure 4.36. De plus, à plusieurs endroits le spectre rayons X des composants de surface a été réalisé et s'est révélé être quasiment toujours le même (figure 4.37).

En observant les photographies, on a l'impression que les scories sont en fait composées d'une agglomération de particules, ne faisant pas réellement de pores à la surface des scories.

La surface est très riche en Ca essentiellement. Du Si et de l'Al sont aussi présents en quantité non négligeable.

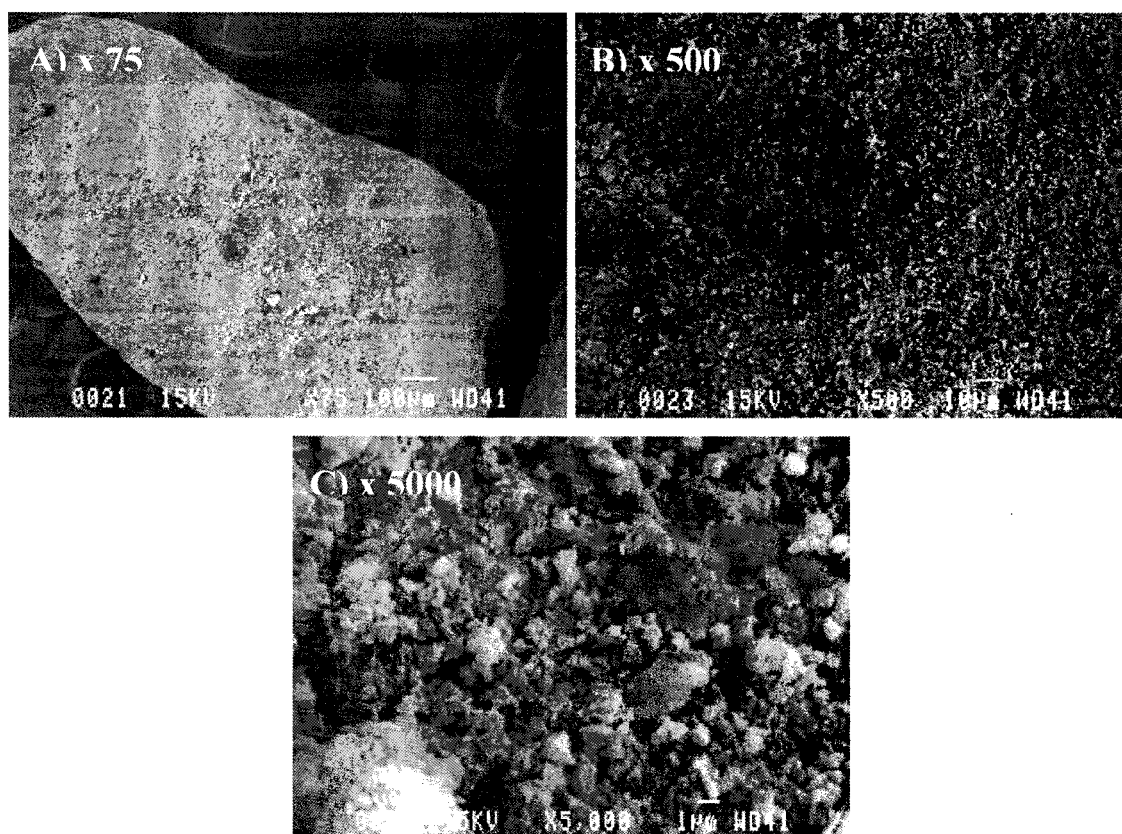


Figure 4.36: Observations au MEB scories IS avant réaction. Grossissement: A: x75; B: x500; C: x5000

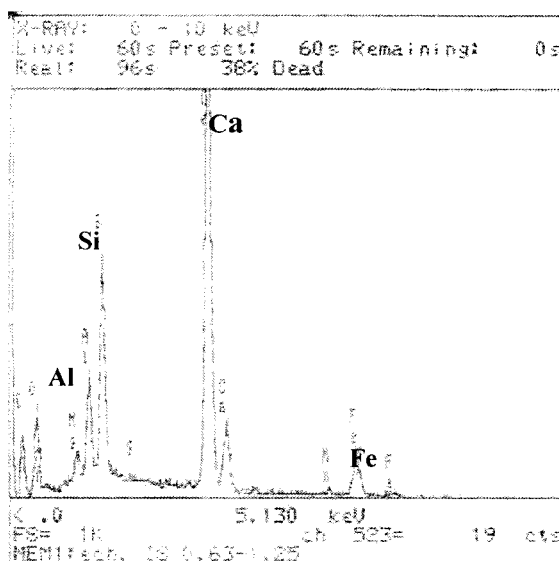


Figure 4.37: Analyse par rayons X de la surface des scories IS

Scories HF Dofasco avant réaction (D)

Les scories D ont montré une hétérogénéité de surface beaucoup plus prononcée, que ce soit dans les formes des particules présentes à la surface (figure 4.38) ou dans leur composition (figure 4.39). A la surface, les scories D présentent de nombreux pores de forme très arrondie qui ont certainement été causés par des bulles d'air qui se sont échappées lors du procédé de refroidissement.

La figure 4.39 est le résultat de l'analyse de la composition des cristaux observés à la surface des scories D (figure 4.38C). On constate que ces cristaux sont essentiellement composés de calcium. La figure 4.40 est l'analyse de la composition des pics observés à la figure 4.38C mais représente aussi la composition de zones semblables à la figure 4.38B. On remarque que dans ce cas, la composition est beaucoup plus hétérogène et ressemble à celle des scories IS. Au cours de nos observations, nous avons trouvé beaucoup plus de zones hétérogènes dont le diagramme ressemblait à celui de la figure 4.40, que de zone de composition semblable à la figure 4.39.

Que ce soit de part sa composition ou de part sa structure de surface, les scories D sont plus hétérogènes que les scories IS.

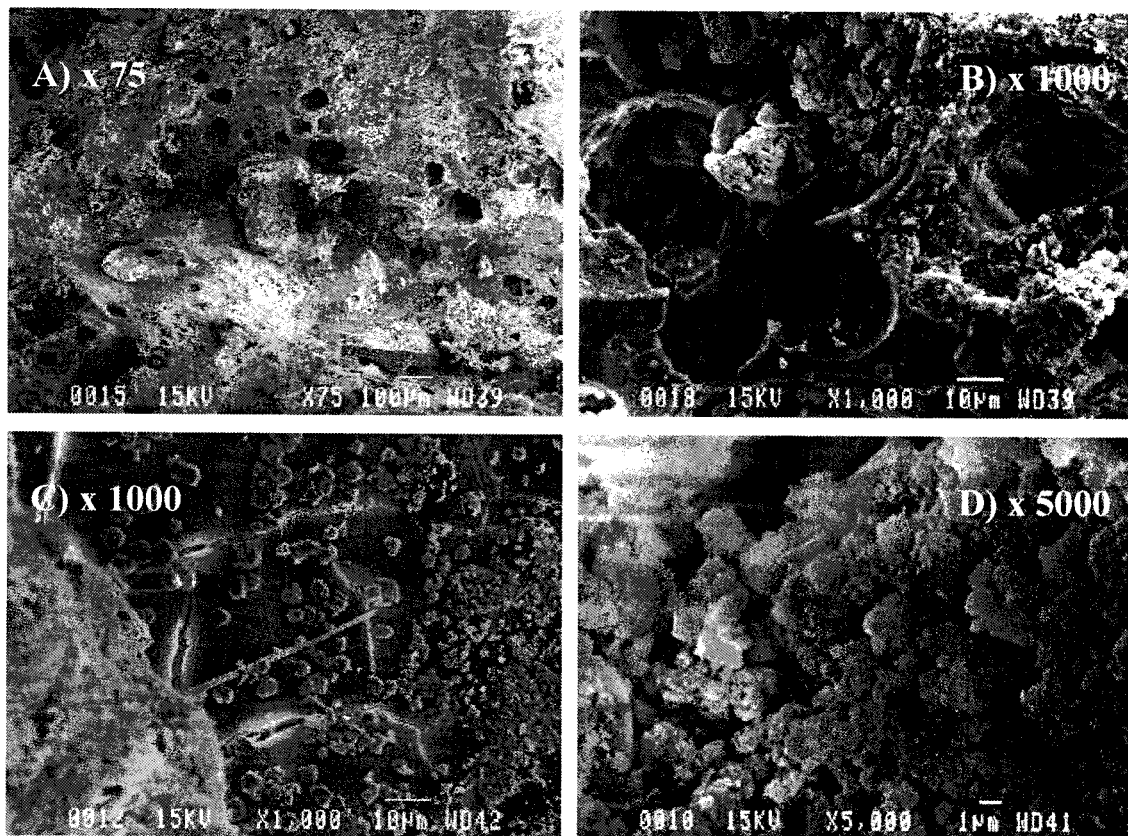


Figure 4.38: Observations au MEB scories D avant réaction. Grossissement: A: x75; B: x1000; C: x1000; D: x5000

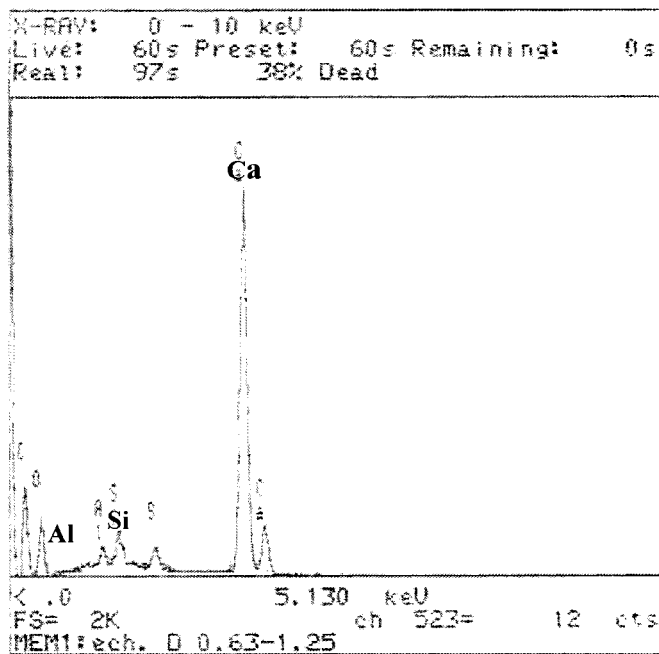


Figure 4.39: Analyse par rayons X de la composition des cristaux observés à la figure 4.38C

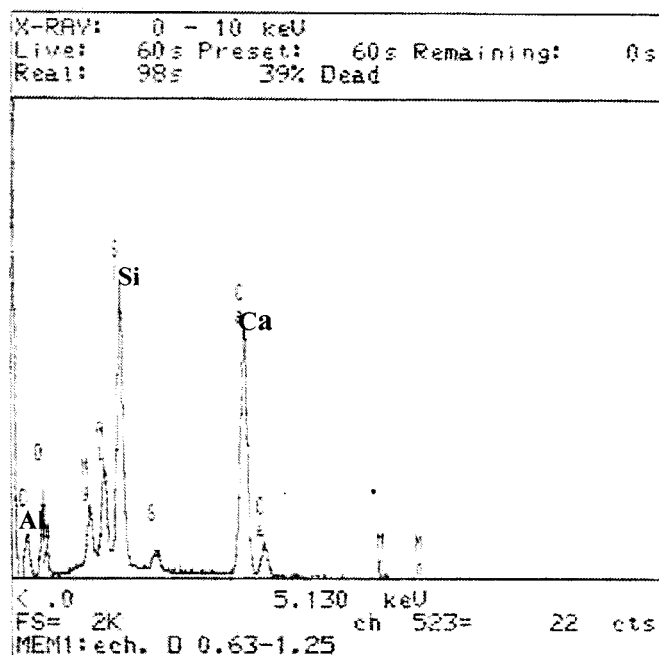


Figure 4.40: Analyse par rayons X de la composition des pics observés à la figure 4.38C

C) Structure et composition de la surface des scories APRÈS RÉACTION par microscopie électronique à balayage

Après avoir démonté les colonnes, la surface de quelques particules de scories a été observée au MEB. Une différence suivant le type de scories utilisées et suivant l'essai réalisé a été observée. Cependant, rappelons que les observations ont été réalisées sur deux ou trois scories par colonne, ce qui fait que la généralisation des observations à l'ensemble des colonnes doit être faite avec précaution. Cependant, ces résultats ont été présentés car ils se sont révélés intéressants.

Scories FAE Ispat Sidbec (IS)

Expérience à concentration fixe de 200 mg P/L

Les scories de cette colonne ont pu retenir 4,5 mg P/g de scories, cependant, à la fin de l'expérimentation, cela faisait 250 jours que les scories retenaient moins de 5 % du P. A la surface des scories, nous avons observé des pics de cristaux qui s'étaient formés (figure 4.41 A et B). On peut supposer que les cristaux observés sur la figure 4.41A devaient ressembler aux cristaux de la figure 4.41B, mais que ces derniers ont été cassés lors des manipulations réalisées pour démonter les colonnes. Sur la figure 4.41C, on remarque que la forme des cristaux semble différente. Cependant, lorsque l'on observe le spectre rayons X, dans les deux cas, celui-ci ressemble à celui de la figure 4.41D. Le précipité observé est essentiellement composé de Ca et de P. On peut donc supposer que dans les deux cas, il s'agit d'un précipité de Ca-P.

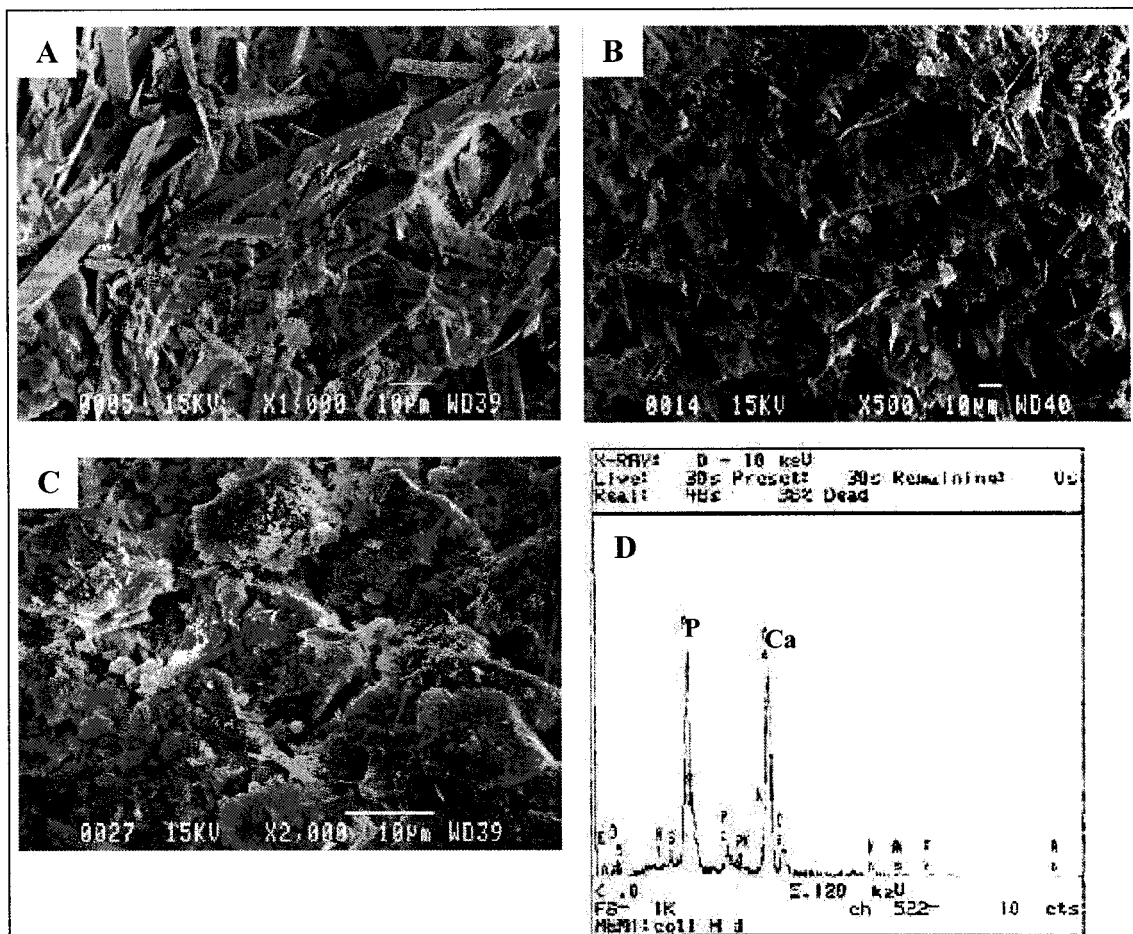


Figure 4.41: MEB et rayons X de la surface des scories IS à 200 mgP/L

Expérience à concentration variable

Ce sont les scories de cette colonne qui se sont révélées les plus efficaces avec un enlèvement de 6,5 mg P/g scories. De plus, cette colonne a eu la formation la plus importante de précipité; les colonnes étaient entièrement recouvertes d'un précipité blanc (figure 4.30A). Les photographies prises de ces scories se trouvent sur la figure 4.42. Dans ce cas, nous avons surtout observé la formation de précipités de forme arrondie composés essentiellement de Ca et de P. Il s'agit donc là encore d'un précipité de Ca-P. Par contre, certaines zones ne présentaient pas vraiment de précipité (figure 4.42B) mais seulement du Ca et du P étaient présents. Il pourrait s'agir de sites spécifiques d'adsorption.

La figure 4.42D s'est révélée être de la rouille, on peut voir sur le spectre (figure 4.42E) le pic de fer. De la rouille a été observée à certains endroits, cependant, les zones n'étaient pas nombreuses et de très petite taille.

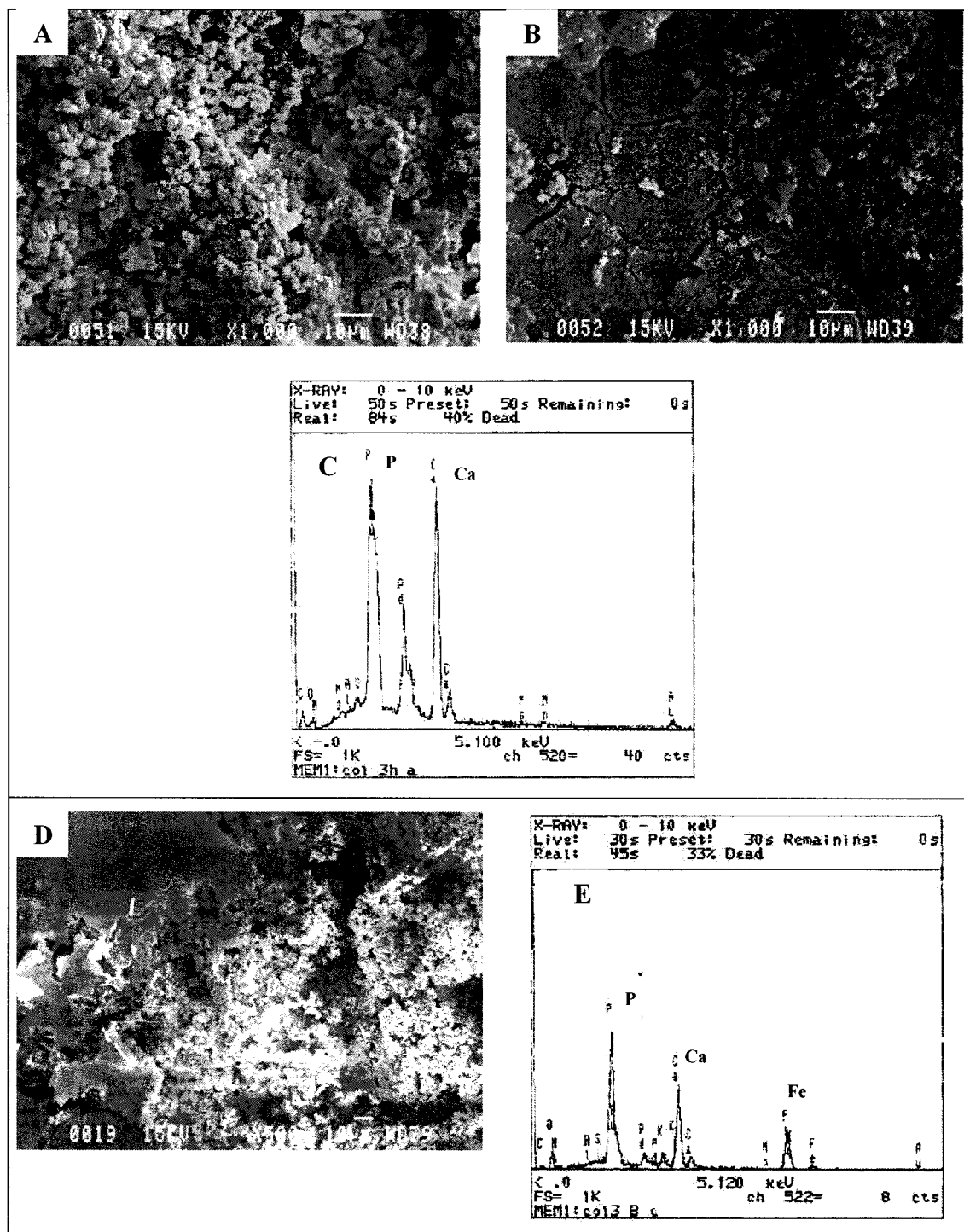


Figure 4.42: MEB et rayons X de la surface des scories IS à concentration variable ; C : analyse rayons X des MEB en A et B ; E : analyse rayons X des MEB en D

Scories HF Dofasco (D)

Expérience à concentration fixe de 200 mg P/L

Lors de l'observation de la surface des scories D, même à l'œil nu celles-ci semblaient avoir une hétérogénéité dans leur couleur et dans le type de précipité qui s'était formé à la surface. Nous avons remarqué un précipité blanc à certains endroits, un précipité vert à d'autres et que certaines particules étaient comme recouvertes d'une fine couche qui les faisait briller. Lors de l'observation de ces particules au MEB, cette hétérogénéité a de nouveau été observée.

Les photographies les plus caractéristiques de ce qui a été observé sont présentées sur la figure 4.43 A et C. Sur la photographie 4.43A, on remarque des sortes de feuillets qui se sont formés à la surface de la scorie. Lorsque l'on regarde le spectre associé (figure 4.43B), différents composés sont présents à la surface, Ca, P, Si, Al, en quantités relativement équivalentes. On peut supposer qu'il s'agit de la pellicule qui se trouvait à la surface des scories qui s'est détachée après séchage.

Par contre, si l'on regarde la photographie 4.43C, il semble qu'une sorte de croûte de précipité se soit formée à la surface. Pourtant le spectre est semblable à celui de la photographie 4.43A. Les amas sur la surface sont probablement les premiers sites de précipitation. En effet, la précipitation sur la surface de matériaux réactifs se fait au début sur quelques zones de manière aléatoire puis s'étend ensuite au reste de la surface (Burton *et al.*, 1951; Stumm et Morgan, 1996).

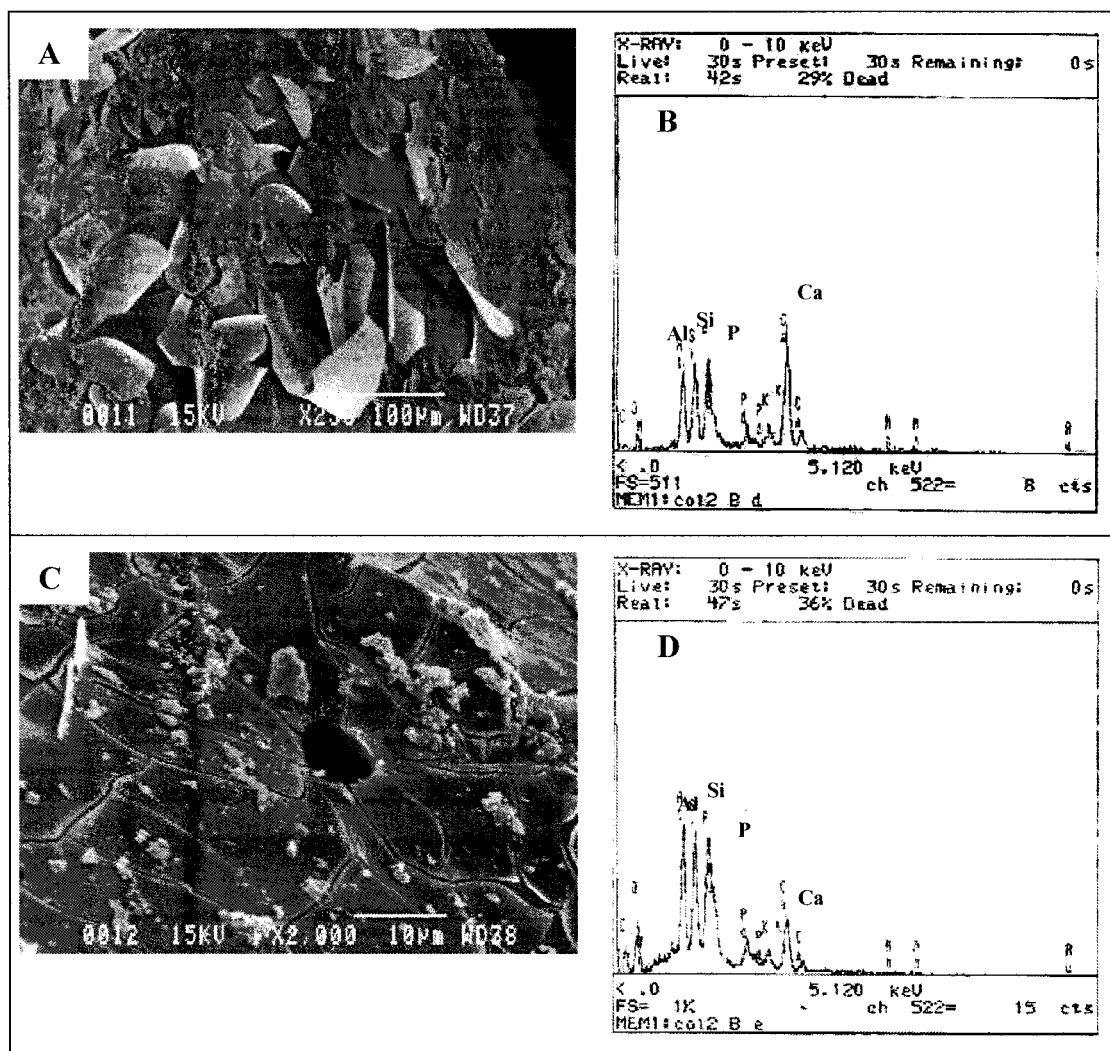


Figure 4.43: MEB (A et C) et analyse rayons X correspondants (B et D) de la surface des scories D à 200 mg P/L

Expérience à concentration variable

Cette dernière colonne, qui a permis un enlèvement de 2,8 mg P/g de scories, a aussi montré, comme celle alimentée à 200 mg P/L, une hétérogénéité des précipités présents sur les scories visible à l'œil nu.

Sur la figure 4.44A, on remarque les mêmes précipités de forme arrondie que ceux observés sur la figure 4.43A. Le spectre de l'analyse par rayons X a montré qu'il s'agissait essentiellement de Si, de Ca et de P.

A un autre endroit de la scorie, la surface ressemblait plus à la figure 4.43C, où grâce au spectre de l'analyse par rayons X, on peut voir qu'il s'agit essentiellement de Si, avec du Ca, du P et de l'Al, probablement contenu dans les petites particules rondes qui ressemblent à celle de la photographie 4.44A.

Les mêmes commentaires que pour l'expérience à concentration fixe concernant le décollement de la pellicule lors du séchage et l'observation des premiers sites de précipitation peuvent être faits.

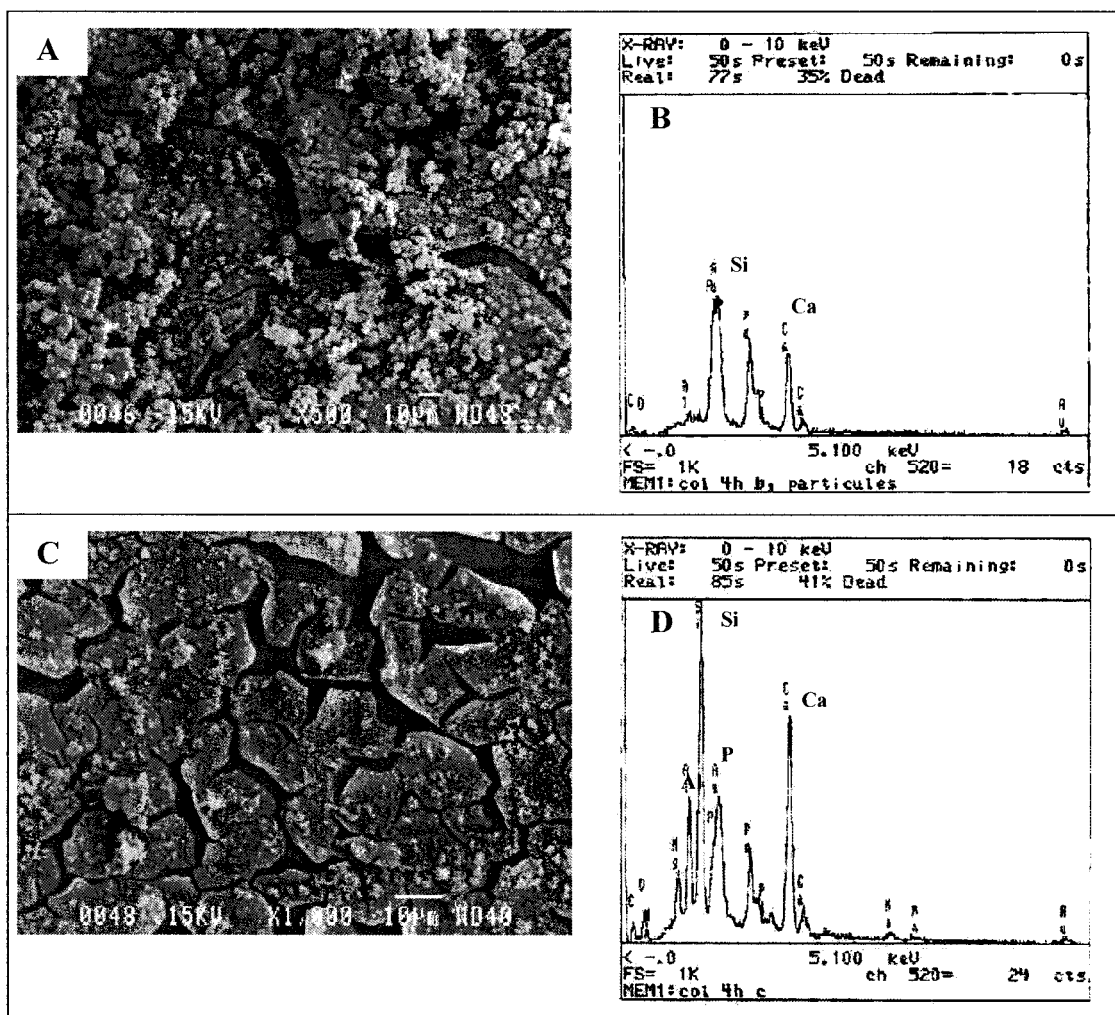


Figure 4.44: MEB (A et C) et analyse rayons X correspondants (B et D) de la surface D à concentration variable

D) Conclusions

En conclusion, nous avons observé deux phénomènes qui ont permis la rétention du P: l'adsorption qui semble se faire sur des sites spécifiques de la surface des scories et de la précipitation.

Nous ne savions pas avant la fin de l'expérimentation quels résultats nous voulions et allions obtenir, ce qui fait que nous ne savons pas à quel moment exactement la précipitation est devenue visible sur les scories. Cependant, au début les scories étaient toutes efficaces à 100 % et ne présentaient pas de précipitation, on peut donc supposer que l'adsorption était le mécanisme prédominant la rétention du P. En effet, il est connu que l'adsorption est un phénomène rapide comparativement à la précipitation, qui nécessite des conditions particulières et un temps plus long avant que les premiers noyaux de précipitation puissent se former (Drizo *et al.*, 2002; Gupta, 1998; Johansson, 1998; Stumm et Morgan, 1996).

Les mécanismes qui se sont produits à la surface des scories IS semblent plus homogènes et semblables. Cela pourrait expliquer en partie que les scories IS sont plus efficaces que les scories D. En effet, le Ca semble être l'élément qui a le plus participé à la rétention du P car lorsque les scories étaient efficaces à 100 % du calcium était mesuré dans les effluents de sortie des colonnes. Or, avant réaction, les scories IS possédaient plus de Ca sur leur surface. Comme le pH observé était de l'ordre de 10-11 pour les deux scories, à ce pH, il semblerait, d'après Stumm et Morgan (1996) que ce soit essentiellement le Ca qui puisse participer à l'enlèvement du phosphore. De plus, l'analyse du précipité qui s'est formé à la surface des scories s'est révélé être essentiellement de l'hydroxylapatite. Cela permettrait d'expliquer en partie pourquoi les scories IS ont été plus efficaces que les scories D.

Cependant, nous avons remarqué que le pH, et notamment les ions OH⁻, qui sont nécessaires à la formation de l'HAP, semblait aussi être un facteur limitant et pouvant influencer la rétention du P. Afin de vérifier s'il existait une différence sur la capacité

des deux scories à relarguer des ions OH^- , nous avons réalisé une expérience de maintien du pH d'une solution d'eau distillée contenant des scories, par ajout d'acide. Les résultats sont présentés dans le paragraphe suivant.

4.5. Pouvoir alcalin des scories

Au cours de cette expérience nous avons caractérisé le pouvoir de neutralisation du pH des scories. Pour cela, nous avons maintenu à un pH de 8 une solution agitée à 175 rpm, contenant 30 g de scories de granulométrie 0,63-1,25 mm dans 700 mL d'eau distillée. Le maintien du pH s'est fait à l'aide d'une solution de HCl à 0,1 N. Les résultats obtenus pour chaque scorie se trouvent sur la figure 4.45.

L'essai a duré 30 jours pour les scories D, nécessitant l'ajout de 50 mL d'acide. Par contre il n'a duré que 30 h pour les IS car au bout de 30 h, le volume ajouté d'acide était de 223 mL soit 1/5 du volume initial. Malgré une augmentation de volume de solution non négligeable cela n'a pas empêché le relargage d'ions OH^- des scories. Pour les scories IS, l'essai aurait dû utiliser une concentration plus forte en HCl si le but avait été d'obtenir le pouvoir de neutralisation maximal des scories. Cependant cet essai n'avait pour objectif que de comparer la capacité de neutralisation du pH et donc la capacité de relargage d'ions hydroxydes des deux scories. C'est donc pour cela que nous avons utilisé la même concentration d'acide pour les deux scories.

Cet essai montre que la capacité de neutralisation des scories IS est largement supérieure à celle des scories D. Par conséquent, les scories IS ont une plus grande capacité à libérer leurs ions OH^- qui peuvent ainsi aller réagir ou laisser leur place à d'autres ions qui pourraient se trouver en solution, comme par exemple des ions phosphates.

Cette expérience permet donc de confirmer que les scories IS sont beaucoup plus réactives que les scories D car elles libèrent plus d'ions hydroxydes présents à leur surface, permettant ainsi d'augmenter les échanges et les interactions entre la matrice solide et les ions présents en solution.

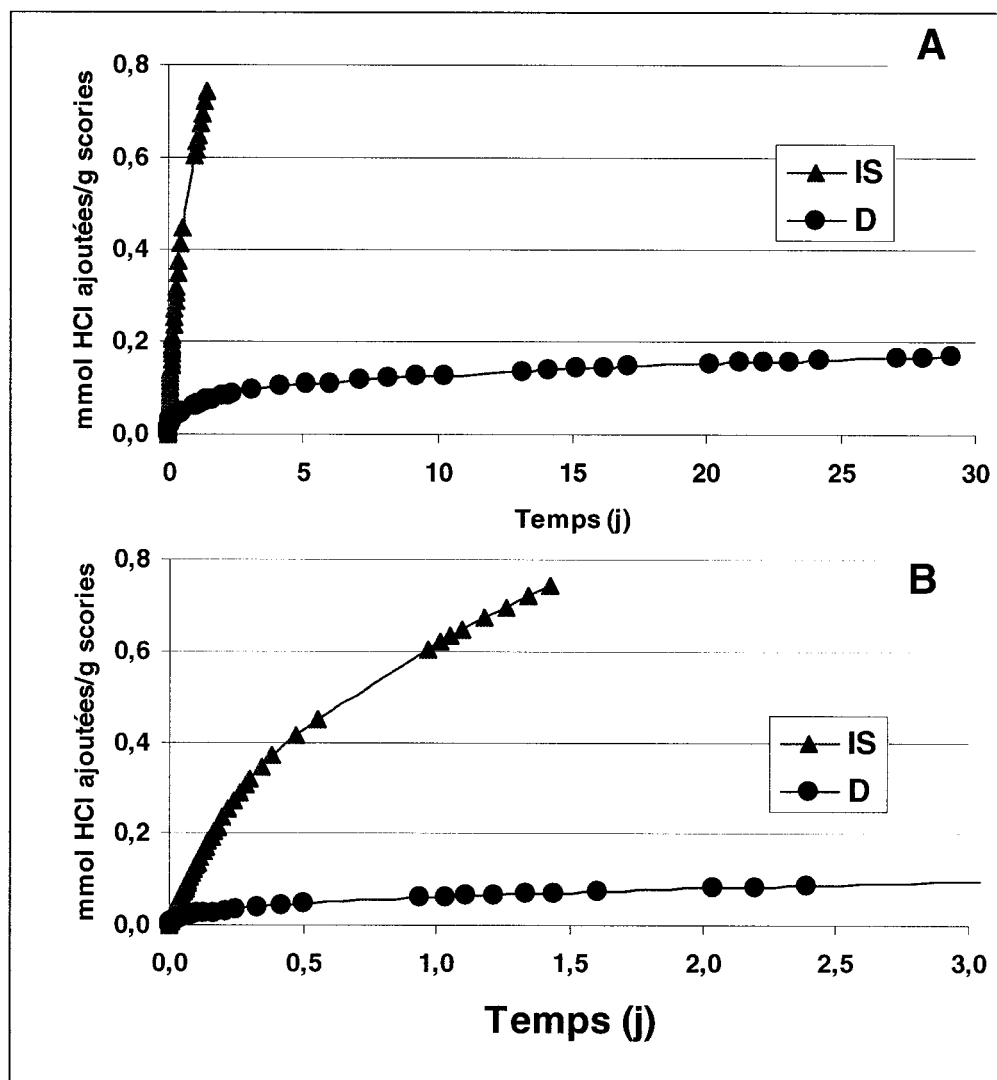


Figure 4.45: Pouvoir alcalin des scories (pH=8 ; T=22 °C) – A: durant 30 jours; B: durant les 3 premiers jours

CHAPITRE 5

DISCUSSION GÉNÉRALE

5.1. Intégration des mécanismes

Les essais réalisés ont montré que la capacité de rétention du P varie en fonction du type de scories testées. Les scories IS ont montré un bon potentiel d'enlèvement du P (jusqu'à 6,5 g P/kg scories), qui a été supérieur à celui obtenu avec les scories D (jusqu'à 2,6 g P/kg scories). Le potentiel d'enlèvement du P des scories IS s'est avéré être très largement supérieur aux résultats trouvés dans la littérature (Drizo *et al.*, 2002; Forget, 2001; Johansson, 1999a; b; Johansson et Gustafsson, 2000; Yamada *et al.*, 1986).

Ce potentiel dépend de plusieurs paramètres:

- de la granulométrie des scories utilisées: la plus faible granulométrie possible devrait être utilisée afin de maximiser l'enlèvement du P,
- du pH de la solution: un pH basique est nécessaire aux mécanismes de rétention du P par les scories, cependant un pH initial acide permet une meilleure dissolution des ions Ca^{2+} et OH^- qui participent à la rétention du P et permet donc d'augmenter la capacité de rétention du P par les scories. Cependant le pH d'un effluent piscicole est proche de la neutralité et ne présente pas de variabilité importante de sa valeur. De plus, même si un pH acide favorise une meilleure rétention du P, il n'est pas envisageable d'acidifier un effluent piscicole,
- de la température: en hiver la rétention du P risque d'être moins rapide et importante, vu qu'au Québec la température extérieure peut facilement tomber sous la barre des 0°C, il va donc falloir prévoir un temps de séjour suffisant de l'effluent piscicole dans le lit de scories et si possible couvrir le lit de scories afin que celui-ci ne subisse pas l'effet du gel et que sa température reste la plus élevée possible. Cependant, la période estivale, où la température extérieure peut

atteindre 25°C, est la période de pleine activité d'une pisciculture, et c'est à cette période que la concentration en P est plus grande.

- de la concentration de P de l'affluent: les scories ne semblent pouvoir retenir qu'un maximum de 0,019 mg P/g scories/ jour (75 mg P/L, $Q = 1,2$ L/d, masse de scories = 4,631 kg). En présence d'un effluent réel cette capacité maximale de rétention du P pourra facilement descendre à 0,010 mg P/g scories/ jour, à cause de la présence de matière organique et de MES qui risquent de favoriser le développement d'un biofilm sur la surface des scories et entraîner un colmatage prématuré des lits. Il sera donc nécessaire de prévoir un lit contenant une quantité suffisante de scories.

Le Ca et l'Al présents sur la matrice des scories ont joué un rôle important dans les mécanismes de rétention du P par les scories (adsorption, précipitation, cristallisation). Les mécanismes impliqués ont été observés mais n'ont pas pu être différenciés. De plus, l'exactitude des mécanismes impliqués dans la rétention du P par des matériaux granulaires reste encore à ce jour incertains et difficilement différenciables.

Bien qu'ayant présenté une composition chimique et des mécanismes de rétention du P assez similaires, les deux scories testées ont présenté une grande différence dans leur capacité de rétention du P. La principale différence observée a été que le potentiel de neutralisation du pH des scories IS s'est avéré être largement supérieur à celui des scories D. Le relargage des ions hydroxydes par les scories IS permettrait donc des échanges plus importants entre la surface des scories et le phosphore présent en solution, résultant en un enlèvement plus important du P.

A partir des résultats obtenus, un schéma intégrateur des mécanismes réactionnels favorisant l'enlèvement du P par les scories peut être réalisé (figures 5.1 et 5.2). La figure 5.1 reprend de manière simplifiée les échanges et réactions entre la surface des scories et la phase aqueuse (solution phosphorée). La figure 5.2 reprend, quant à elle, les principaux mécanismes connus intervenant dans la rétention du P par les scories. D'après

les résultats obtenus, il semblerait que ce soit principalement le calcium et les ions hydroxydes présents dans les scories qui favorisent un enlèvement efficace du P.

Le tableau 5.2 reprend les équations chimiques des mécanismes décrits sur la figure 5.2.

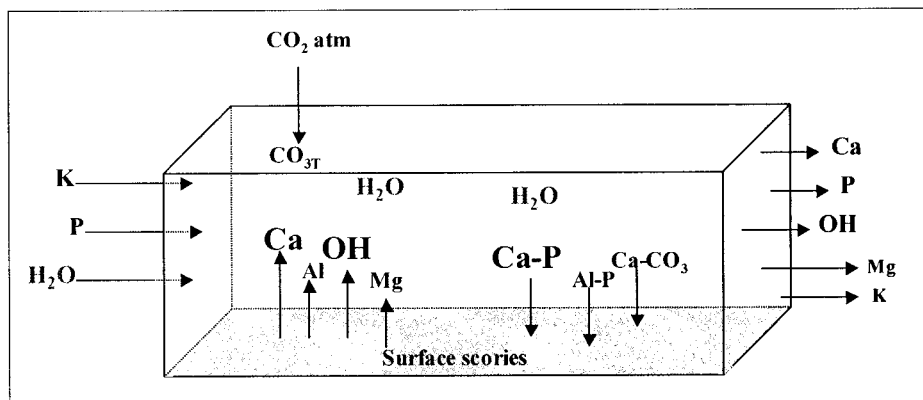


Figure 5.1: Schéma intégrateur simplifié des mécanismes réactionnels permettant la déphosphatation d'un effluent par les scories d'aciéries (Note: $CO_{3T} = H_2CO_3 + HCO_3^- + CO_3^{2-}$)

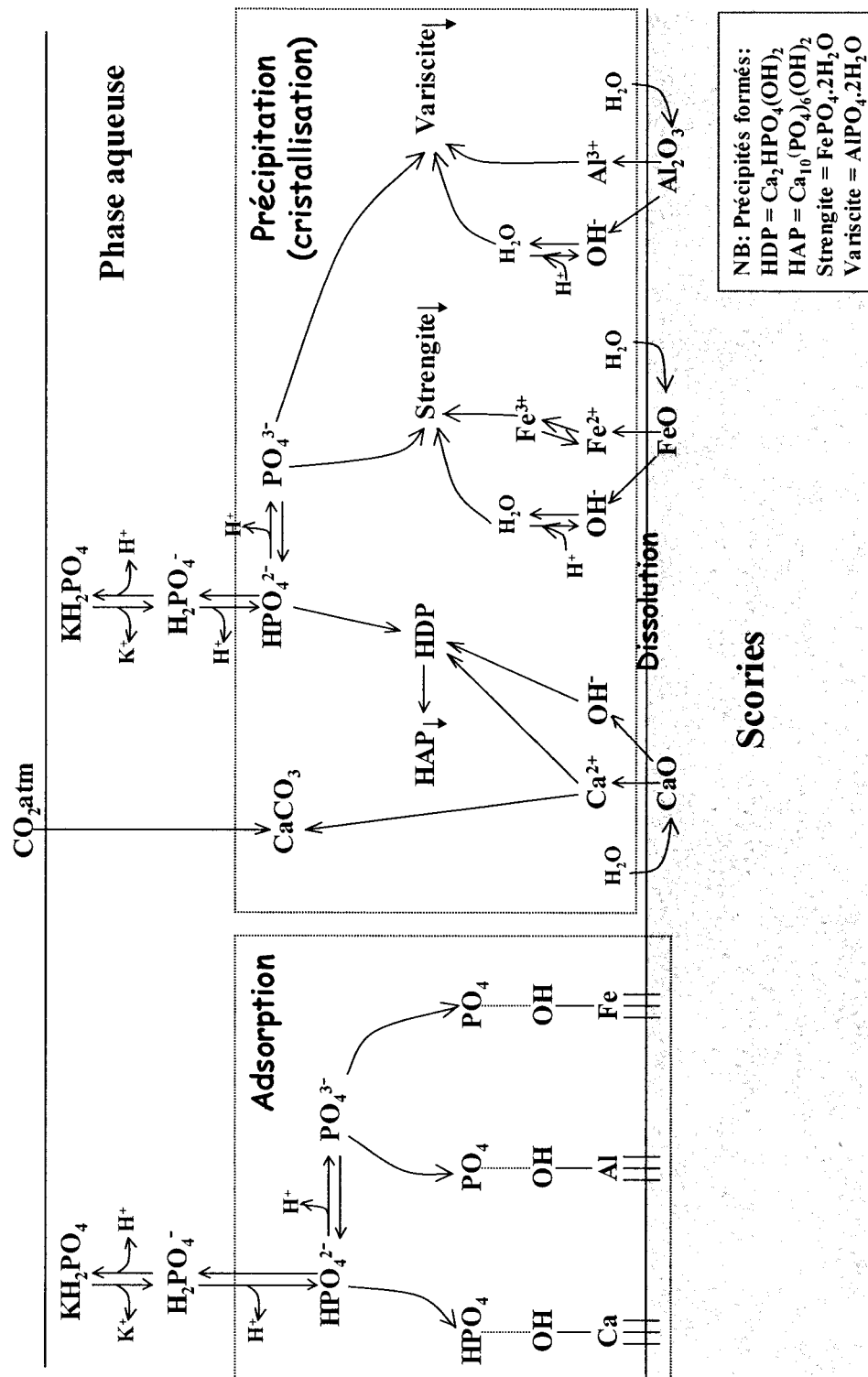


Figure 5.2 : Schéma des principaux mécanismes réactionnels intervenant dans la déphosphatation d'un effluent par les scories d'aciéries

Tableau 5.1: Equations chimiques des divers mécanismes décrits sur la figure 5.2

Équations chimiques	Références
Diffusion: $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^-$ $\text{FeO} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{OH}^-$ et $\text{Fe}^{2+} \leftrightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{e}^-$ $\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow 2\text{Al}^{3+} + 6\text{OH}^-$ $\text{CO}_{2\text{atm}} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{HCO}_3^- + \text{H}^+$ $\text{HCO}_3^- + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{CO}_3^{2-} + \text{H}^+$	Stumm et Morgan, 1996
Adsorption avec Ca: $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$ $\text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{HPO}_4^{2-} \leftrightarrow \text{Ca-HPO}_4 + 2\text{OH}^-$	Johansson, 1998 Stumm et Morgan, 1996
Adsorption avec Al: $\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow 2\text{Al}(\text{OH})_3$ $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{H}_2\text{PO}_4^- \leftrightarrow \text{AlPO}_4 + \text{OH}^- + 2\text{H}_2\text{O}$	Hano <i>et al.</i> , 1997
Adsorption avec Fe: Hypothèses: $\text{FeO} + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{OH}^-$ $\text{Fe}^{2+} \leftrightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{e}^-$ $\text{Fe}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+$ Puis: $\text{Fe}(\text{OH})_3 + \text{H}_2\text{PO}_4^- \leftrightarrow \text{FePO}_4 + \text{OH}^- + 2\text{H}_2\text{O}$	Altundogan et Tümen, 2002 Sposito, 1989
Précipitation avec Ca: $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \leftrightarrow \text{CaCO}_3$ $2\text{Ca}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} + 2\text{OH}^- \leftrightarrow [\text{Ca}_2\text{HPO}_4(\text{OH})_2]$ $[\text{Ca}_2\text{HPO}_4(\text{OH})_2] \leftrightarrow 2\text{Ca}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} + 2\text{OH}^-$ $3[\text{Ca}_2\text{HPO}_4(\text{OH})_2]_s \leftrightarrow [\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}] + \text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^- + 3\text{H}_2\text{O}$	Maurer <i>et al.</i> , 1999
Précipitation avec Al: $\text{Al}^{3+} + \text{PO}_4^{3-} + 2\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(s)} \text{ (variscite)}$	Stumm et Morgan, 1996
Précipitation avec Fe: $\text{Fe}^{3+} + \text{PO}_4^{3-} + 2\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(s)} \text{ (strengite)}$	Stumm et Morgan, 1996

La compréhension des mécanismes intervenant dans la rétention du P par les scories est complexe car cette dernière peut faire intervenir de nombreux composants. Cependant, à partir des résultats obtenus et en se basant sur le modèle de matrice défini par Maurer et al. (1999), décrivant la précipitation chimique du P en présence de Ca, une matrice du type de celle représentée par le tableau 5.2 pourrait être définie. Cette matrice permet de reprendre tous les mécanismes d'enlèvement du P par les scories. En grisé, on retrouve la matrice de Maurer. Cette matrice fait apparaître l'interaction existant entre les principaux composés et les mécanismes qui entrent en jeu dans la rétention du P par les scories.

Nos résultats sont incomplets et ne nous permettent pas de définir entièrement cette matrice. Cependant, une telle matrice permet de voir les interactions entre les constituants et les éléments qui pourraient venir affecter la capacité de rétention du P des scories. De plus, elle pourrait servir de base au développement d'un modèle mathématique permettant de maximiser le choix des scories ou d'autres matériaux granulaires qui pourraient servir à la déphosphatation d'effluents.

Tableau 5.2: Modèle dynamique de la rétention du P par les scories, adapté du modèle de Maurer et al (1999)

Procédés		Constituants													Taux de réaction				
		S HCO ₃	S CO ₃	S _{OH-}	S _{H+}	S _{H2PO4}	S _{HPO4}	S PO4	S _{Ca}	S Fe	S _{Al}	S _{HDP}	S _{HAP}	X _{P-} Al	X _{P-} Fe	A _{Ca-} P	A _{Al-} P	A _F e-P	
Déprot. H ₂ O				+1	+1														k_{GI}
Prot. OH				-1	-1														$k_{GI} \cdot (k_w)^{-1} \cdot f_i \cdot S_{OH-} \cdot f_i \cdot S_H$
Déprot. HCO ₃			+1		+1														$k_{GI} \cdot (K_{carb,1})^{-1} \cdot f_i \cdot S_{HCO_3} \cdot f_i \cdot S_H$
Prot. CO ₃	-1		-1		-1														$k_{GI} \cdot f_i \cdot S_{HCO_3}$
Déprot. H ₂ PO ₄					+1	-1	+1												$k_{GI} \cdot f_i \cdot S_{H2PO_4}$
Déprot. HPO ₄					+1	-1	-1	+1											$k_{GI} \cdot f_i \cdot S_{HPO_4}$
Prot. HPO ₄				-1	-1	-1	-1	-1											$k_{GI} \cdot (K_{phos,1})^{-1} \cdot f_i \cdot S_{HPO_4} \cdot f_i \cdot S_H$
Prot. PO ₄				-1	-1	-1	-1	-1											$k_{GI} \cdot (K_{phos,2})^{-1} \cdot f_i \cdot S_{PO_4} \cdot f_i \cdot S_H$
Précipitation HDP				-2					-2			+1							$k_{HDP} \cdot f_i \cdot S_{HPO_4} \cdot f_i \cdot S_{Ca} \cdot K_{HDP} \cdot (K_{HDP} + X_{HDP}/X_{TS})^{-1}$
Sol. HDP				+2					+2			-1							$k_{HDP} \cdot L_{HDP} \cdot (f_i \cdot S_{OH-})^{-1} \cdot (f_i \cdot S_{Ca})^{-1} \cdot X_{HDP}/X_{TS} \cdot (K_{HDP} + X_{HDP}/X_{TS})^{-1}$
Précipitation HAP				+0.67					+0.33			-1	+1						$k_{HAP} \cdot X_{HDP}/X_{TS} \cdot (K_{HDP} + X_{HDP}/X_{TS})^{-1}$
Solubilisation des scories				+					+	+									Ss; 1/pH; composition des scories (Ca; Al; Fe; OH); k_S
Précipitation P-Al				-	-			-			-			+					$k_{Al-P}; S_{Al}; S_{PO_4}$
Précipitation P-Fe				-	-			-		-					+				$k_{Fe-P}; S_{Fe}; S_{PO_4}$
Adsorption P-Ca				-				-								+			Ss; $k_{Ca-P}; S_{Ca}; S_{HPO_4}$
Adsorption P-Al				-				-									+		Ss; $k_{Al-P}; S_{Al}; S_{H2PO_4}$
Adsorption P-Fe				-				-										+	Ss; $k_{Fe-P}; S_{Fe}; S_{H2PO_4}$

Notations:
 Déprot.: déprotonation
 Prot.: protonation
 X: précipité

k: constante d'équilibre
 ka: constante d'adsorption
 K: coefficient hyperbolique
 S: constante de solubilité

Ss: surface spécifique
 f: coefficient d'activité
 k_{GI}: taux d'équilibre de réaction

5.2. Test d'estimation du potentiel de déphosphatation des scories

Deux lots différents de scories de même type ne présentent pas forcément les mêmes capacités de rétention du P. Bien que cette observation ait été faite sur des essais en cuvette, on peut s'attendre à obtenir le même résultat en colonne ou à l'échelle pilote. En effet, les essais en cuvette sont complémentaires des résultats en colonnes, car de manière plus rapide, ils permettent d'avoir une idée de la réactivité des scories qui seront utilisées de manière passive en colonne ou en lit. Il serait intéressant de pouvoir déterminer et choisir les scories présentant la meilleure capacité de rétention du P, pour ainsi maximiser la durée de vie du lit de scories. Pour cela, sur les deux scories que nous avons testées, mais surtout pour les scories IS qui nous intéressent, un essai en cuvette pourrait facilement être réalisé sur différents lots de scories, dont on saurait exactement ou approximativement l'"âge", afin de vérifier si la réactivité des scories avec le P est fonction du temps qu'elles sont laissées à l'air libre où des phénomènes d'hydrolyse ont lieu. Ce test pourrait ensuite être généralisé à tous les types de scories. Le test pourrait être fait en deux étapes:

test 1: test de lixiviation: si les scories sont classées dans la catégorie des matières dangereuses, celles-ci ne peuvent en aucun cas être utilisées. Si elles ne présentent pas de danger, le test 2 permettrait de déterminer leur capacité potentielle de rétention du P.

test 2: évaluation du potentiel de rétention du P des scories: placer 35 g de scories de granulométrie 0,63-1,25 mm ou 1,25-2,5 mm ou 2,5-5 mm dans 700 mL de solution de KH_2PO_4 à 80 mg P/L, agiter pendant 2 h à 175 rpm et à température ambiante. A la fin des 2 h, prélever 30 mL de solution, filtrer à 0,45 μm , puis mesurer la concentration en o- PO_4 . L'efficacité d'enlèvement du P pourrait ensuite être comparée à la figure 5.3 suivant la granulométrie utilisée. En comparant la valeur trouvée à nos valeurs témoins, il serait possible de prédire la capacité de rétention des scories lors de leur utilisation à pleine échelle. Par exemple, si l'efficacité d'enlèvement du P est supérieure à 65 % pour une

granulométrie de 0,63-1,25 mm, on pourra s'attendre à obtenir un enlèvement supérieur à 6,5 mg P/g de scories avec l'utilisation d'une solution inférieure à 120 mg P/L, et inversement, si l'efficacité est inférieure à 65 %.

Cet essai donnerait une idée approximative de la capacité de rétention du P, et permettrait, dans notre cas, de déterminer les scories qui seraient les plus efficaces à utiliser à l'échelle réelle. Cet essai pourrait ensuite être généralisé à d'autres matériaux granulaires.

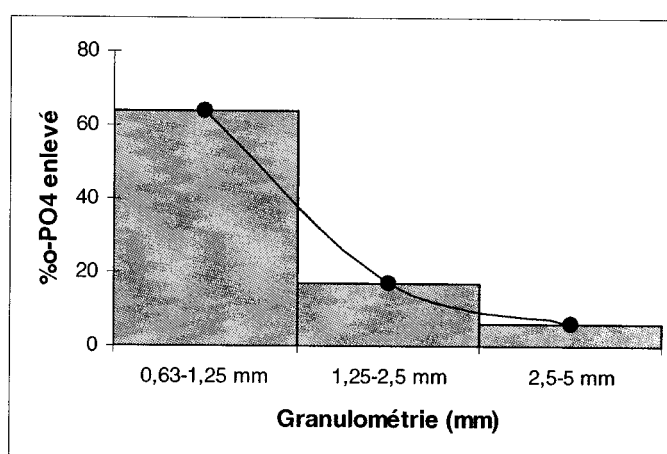


Figure 5.3: Valeurs témoins pour un prétest sélectif des scories (35g de scories; 700 mL de KH_2PO_4 à 80 mgP/L; 175 rpm; 2h)

CHAPITRE 6

CONCLUSION

Dans le cadre du projet de développement d'un système de déphosphatation des effluents piscicoles, cette étude avait pour objectif de déterminer le potentiel de déphosphatation de deux scories d'aciéries et de mieux caractériser les mécanismes intervenant dans la rétention du P par les scories.

Pour toutes les conditions testées en cuvette, la cinétique d'enlèvement du P par les scories IS s'est révélée beaucoup plus rapide que celle des scories D. La rétention du P a été d'autant plus rapide que la température était élevée, le pH initial acide et la granulométrie des scories faible. En colonnes, le potentiel maximal de rétention du P a été différent suivant les scories utilisées. La rétention maximale a été de 6,5 mg P/g de scories IS contre 2,8 mg P/g de scories D. Cependant, il semble que les mécanismes impliqués dans l'enlèvement du P par les deux scories soient les mêmes, faisant essentiellement intervenir le Ca, l'Al et les ions hydroxydes. Or, les deux scories présentent une composition chimique similaire en Ca (32 % pour IS contre 37 % pour D) et en Al (5 % pour IS contre 13 % pour D) ne pouvant à elle seule expliquer cette différence d'efficacité. La seule différence observée entre les deux scories a été que le potentiel de neutralisation des scories IS était largement supérieur à celui des scories D. Un relargage plus important d'ions hydroxydes permettrait donc des échanges plus importants entre la surface des scories et le phosphore présent en solution, résultant en un enlèvement plus important du P.

Les scories IS ont montré un potentiel d'enlèvement du P intéressant avec un maximum de 6,5 mg P/g de scories. De plus, elles ne présentent pas de risque de relargage de métaux et sont d'un coup économique acceptable pour les piscicultures. Elles ont d'ailleurs été choisies pour un essai pilote qui est actuellement en cours à la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland (Québec). Cet essai permettra de vérifier si à pleine

échelle, avec un effluent réel, chargé en matière organique, et une alimentation variable de la quantité d'effluent et de sa concentration en P, les scories IS ont tout de même une efficacité permettant de retenir 99 % du P présent dans le surnageant de silo (objectifs à atteindre).

Or même si les scories étaient capables de retenir la totalité du P présent dans le surnageant de silo, cela ne représenterait qu'une diminution de 20 % de la totalité du P rejeté dans les cours d'eau. Les objectifs du MENV de diminuer de 40 % les rejets en P des piscicultures ne seraient toujours pas atteints. Par conséquent, il est nécessaire de trouver une manière de traiter les 99,9 % du débit restant qui contiennent encore 80 % du P rejeté dans l'environnement. De plus, un autre des objectifs à atteindre est de minimiser la quantité de P présent dans l'alimentation des poissons et d'augmenter sa digestibilité. Tous ces essais sont en cours actuellement dans différents laboratoires du Québec et du Canada et devraient prochainement permettre aux piscicultures d'atteindre leurs objectifs de rejet et ainsi d'assurer leur croissance économique tout en respectant la protection de l'environnement.

RÉFÉRENCES

ACKEFORS, H., et ENELL, M. (1994). "The release of nutrients and organic matter from aquaculture systems in nordic countries". *Journal of Applied Ichthyology*. **10**, 225-241.

ALTUNDOGAN, H.S., et TÜMEN, F. (2002). "Removal of phosphates from aqueous solutions by using bauxite. I: Effect of pH on the adsorption of various phosphates". *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. **77**, 77-85.

APHA. (1989). "Standard Method for the Examination of Water and Wastewater". American Public Health Association. American Water Works Association Water Environment Federation, Washington DC, USA.

ASSOCIATION FRANÇAISE POUR L'ÉTUDE DES EAUX. (1975). "L'Eutrophisation des lacs". Centre National de Documentation et d'Information sur l'Eau, Paris.

BACHE, B.W., et WILLIAMS, E.G. (1971). "A phosphate sorption index in soils". *Journal of Soil Science*. **22**, 289-301.

BALLARD, R., et FISKETT, J.G.A. (1974). "Phosphorus retention in coastal plain forest soils. I. Relationship to soil properties.". *Soil Science Society of America. Proceedings*. **38**, 250-255.

BENNETON, J.P. (1984). "Eutrophisation des plans d'eau, Inventaires des principales sources de substances nutritives azotées et phosphorées, Etude bibliographique.". Rapport de recherche. LPC no130.

BERKHEISER, V.E., STREET, J.J., RAO, P.S.C., et YUAN, T.L. (1980). "Partitioning of inorganic orthophosphate in soil-water system". *Agricultural Experiment Station*. **2396**, 179-213.

BIQUILLON, R., RENAULT, B., KHAROUNE, M., et COMEAU, Y. (2002). "Déphosphatation du lisier de porc et du lixiviat de fumier bovins laitiers par les scories d'aciéries". Projet de fin d'étude. Ecole Polytechnique de Montréal. Montréal (Canada).

BRIX, H. (1993). "Wastewater treatment in constructed wetlands: system design, removal processes and treatment performance. In: Moshiri, G.A. (ed),". In *Constructed wetlands for water quality improvement*. 391-298 CRC Press, Boca Raton, Florida.

BURTON, W.K., CABRERA, N., et FRANK, F.C. (1951). "The growth of crystals and the equilibrium structure of their surfaces". *Philosophical Transactions. Royal Society of London. Series A*. **A243**, 299-358.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. (2002). "Méthode d'analyse - Protocole de lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques - MA. 100 - Lix.2.0". MENV.

CHAMBERS, P.A., GUY, M., ROBERTS, E.S., CHARLTON, M.N., KENT, R., GAGNON, C., GROVE, G., et FOSTER, N. (2001). "Les éléments nutritifs et leur impact sur l'environnement au Canada". Environnement Canada. Ottawa (Ontario). 271. http://www.durable.gc.ca/group/nutrients/report/index_f.phtml.

COMEAU, Y., et BRISSON, J. (2000). "Utilisation de marais artificiels avec substrat calcaire pour l'épuration d'eaux de rejets de pisciculture : rapport final". Institut de recherche en biologie végétale de Montréal ; Société de recherche et développement en aquaculture continentale. 163. Projet CDT (Ecole Polytechnique de Montréal, Centre de développement technologique).

CURKOVIC, L., CERJAN-STEFANOVIC, S., et RASTOVEAN-MIOÈ. (2001). "Batch Pb^{2+} and Cu^{2+} removal by electric furnace slag". *Water Research*. **35**, 14, 3436-3440.

DIMITROVA, S.V. (1996). "Metal sorption on blast-furnace slag". *Water Research*. **30**, 1, 228-232.

DONIGAN, A.S., BEYERLEIN, D.C., DAVIS, H.H., et CRAWFORD, N.H. (1977). "Agricultural Runoff Mangement (ARM) Model Version. II. Refinement and testing". Environmental Protection Agency. Washington, D.C. EPA-600/3-77-098.

DRIZO, A. (1998). "Phosphate and ammonium removal from waste water, using constructed wetland systems". Ph.D. thesis, Faculty of Science and Engineering. University of Edinburg, Scotland.

DRIZO, A., COMEAU, Y., FORGET, C., et CHAPUIS, R.P. (2002). "Phosphorus saturation potential: a parameter for estimating the longevity of constructed wetland systems". *Environmental Science and Technology*. **36**, 4642-4648.

DRIZO, A., FROST, C.A., GRACE, J., et SMITH, K.A. (1999). "Physico-chemical screening of phosphate-removing substrates for use in constructed wetland systems". *Water Research*. **33**, 17, 3595-3602.

DUNCAN, B., SOMERS, B., et BILBY, S. (2002). "Pond based treatment process for wet weather flow management and tertiary effluent polishing". 5th International Conference IWA Specialist Group Conference on Waste Stabilisation Ponds. Auckland - New Zealand.

DUTOIS, G. (2001). "Effet du mode de gestion des matières décantables dans une station piscicole sur l'élimination du phosphore particulaire et dissous". Mémoire de maîtrise. Ecole Polytechnique de Montréal. Montréal (Canada).

DZOMBAK, D.A., et MOREL, F.M.M. (1990). "Surface complexation modeling; hydrous ferric oxide". Wiley-Interscience, New-York.

EUROSLAG. (2000). "Engineering of slags - A scientific and technological challenge". Second European Slag Conference. Düsseldorf. 179 p.

FARLEY, K.J., DZOMBAK, D.A., et MOREL, F.M.M. (1985). "A surface precipitation model for the sorption of cations on metal oxides". *Journal of Colloid and Interface Science*. **106**, 226-242.

FITTER, A.H., et SUTTON, C.D. (1975). "The use of the Freunlich isotherm for soil phosphate sorption data". *Journal of Soil Science*. **26**, 241-246.

FORGET, C. (2001). "Elimination du phosphore dissous des effluents piscicoles à l'aide de matériaux granulaire réactifs". Mémoire de Maîtrise. Ecole Polytechnique de Montréal. Montréal (Canada).

GUPTA, V.K. (1998). "Equilibrium uptake, sorption dynamics, process development, and column operations for the removal of copper and nickel from aqueous solution and wastewater using activated slag, a low-cost adsorbent". *Industrial and Engineering Chemistry*. **37**, 192-202.

HACHIYA, K., SASAKI, M., SARUTA, Y., MIKAMI, N., et YASANUGA, T. (1984). "Static and kinetic studies of adsorption-desorption of metal ions on the γ - Al_2O_3 surface". *Journal of Physical Chemistry*. **88**, 23-31.

HANO, T., TAKANASHI, H., HIRATA, M., URANO, K., et ETO, S. (1997). "Removal of phosphorus from wastewater by activated alumina adsorbent". *Water Science and Technology*. **35**, 7, 39-46.

HANSEN, L., et FILION, G. (1993). "Traitement des rejets des stations piscicoles du ministère du loisir, de la chasse et de la pêche". Les consultants Filion, Hansen & Ass. Inc. (Baie St-Paul, Québec), pour le compte du Ministère du Loisir, de la Chasse et de la Pêche, Québec.

HAYES, K.F., et LECKIE, J.O. (1986). "Mechanism of lead ion adsorption at the goethite-water interface". *Advances in Chemistry Series*. **323**, 114-141.

HECKETT MULTISERVICE. (1989). "Performance d'un béton bitumineux fabriqué de scories d'aciéries". Document interne. Contrecoeur (Québec).

HSU, P.H., et RENNIE, D.A. (1962). "Reactions of phosphate in aluminum systems. I. Adsorption of phosphate by X-ray amorphous "aluminum hydroxide"". *Canadian Journal of Soil Science*. **42**, 197-204.

JOHANSSON, L. (1998). "Phosphorus sorption to filter substrates - Potential benefits for on-site wastewater treatment". Div. of Land and Water Resources; Dept. of Civil and Environmental Engineering. Royal Institute of Technology, Stockholm, Suède.

JOHANSSON, L. (1999a). "Blast furnace slag as phosphorus sorbents - column studies". *The Science of the Total Environment*. **229**, 89-97.

JOHANSSON, L. (1999b). "Industrial by-products and natural substrata as phosphorus sorbents". *Environmental technology*. **20**, 309-316.

JOHANSSON, L., et GUSTAFSSON, J.P. (2000). "Phosphate removal using blast furnace slags and opoka-mechanisms". *Water Research*. **34**, 1, 259-265.

KUO, S., et LOTSE, E.G. (1972). "Kinetics of phosphate adsorption by calcium carbonate and Ca-kaolinite". *Soil Science Society of America. Proceedings*. **36**, 725-729.

LAIDLER, K.J. (1965). "Chemical Kinetics". 318 p. McGraw-Hill, New-York (USA).

LEE, S.H., VIGNESWARAN, S., et BAJRACHARYA, K. (1996). "Phosphorus transport in saturated slag columns: experiments and mathematical models". *Water Science and Technology*. **34**, 1-2, 153-160.

LOPEZ-DELGADO, A., PEREZ, C., et LOPEZ, F.A. (1998). "Sorption on heavy metals on blast furnace sludge". *Water Research*. **32**, 4, 989-996.

LOPEZ-HERNANDEZ, D.I., et BURNHAM, C.P. (1974). "The effect of pH on phosphate adsorption in soils". *Journal of Soil Science*. **25**, 2, 207-216.

LOSPIED, C., KHAROUNE, M., BOULANGER, Y., et COMEAU, Y. (2001a). "Utilisation d'un lit de scories d'aciéries pour l'élimination du phosphore contenu dans le surnageant d'un silo de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland". DIT, SIMDAR, Pisciculture des Alléghanys, École Polytechnique de Montréal. 2. Fiche technique. 2001.2.

LOSPIED, C., KHAROUNE, M., et COMEAU, Y. (2001b). "Utilisation d'un lit de scories d'acier pour l'élimination du phosphore contenu dans le surnageant d'un silo de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland". Projet de fin d'études. Ecole Polytechnique de Montréal. Montréal (Canada).

MANN, R.A. (1997). "Phosphorus adsorption and desorption characteristics of constructed wetland gravels and steelworks". *Aust. J. Soil Res.* **35**, 375-384.

- MARTIN, G. (1987). "Point sur l'épuration et le traitement des effluents (eau-air) - Phosphore". Technique et Documentation Lavoisier, Paris (France).
- MAURER, M., ABRAMOVICH, D., SIEGRIST, H., et GUJER, W. (1999). "Kinetics of biologically induced phosphorus precipitation in wastewater treatment". *Water Research*. **33**, 2, 484-493.
- MENV. (2002). "Guide pour l'étude des technologies conventionnelles de traitement des eaux usées d'origine domestique". <http://www.menv.gouv.qc.ca/eau/eaux-usees/domestique/index.htm>.
- METCALF AND EDDY. (1991). "Wastewater Engineering: Treatment, disposal and reuse". In. M.-H.S.i.W.R.a.E. Engineering. McGraw-Hill, New York (USA).
- MORIN, R. (2002). "La production piscicole au Québec". Direction de l'innovation et des technologies - Station technologique piscicole des eaux douces-02 (Québec). 8. Document d'information.
www.agr.gouv.qc.ca/pac/publications/fiches/dit/stped/stped_02.html.
- MORSE, G.K., BRETT, S.W., GUY, J.A., et LESTER, J.N. (1998). "Review: phosphorus removal and recovery technologies". *The Science of the Total Environment*. **212**, 69-81.
- MRST. (2001). "Politique québécoise de la science et de l'innovation: savoir changer le monde". Ministère de la recherche, de la science et de la technologie, Québec (Canada). 169 p.

NANCOLLAS, G.H. (1989). "In Vitro Studies of Calcium Phosphate Crystallization". In *Biom mineralization*. S.M.e.a. Eds. VCH-Verlag, Weinheim.

NATIONAL SLAG ASSOCIATION. (2003). "Steel Slag, A premier Construction Aggregate". Brochure d'information, Wayne, Pennsylvania (USA).

NAYLOR, S., BRISSON, J., LABELLE, M.-A., DRIZO, A., et COMEAU, Y. (2003). "Treatment of fish farm effluent using CWSs - The role of plants and substrate for nutrient removal". *Water Science and Technology*. **accepté en décembre 2002**.

NIELSEN, A.E. (1964). "Kinetics of precipitation". Pergamon Press, Oxford.

OLSON, S.R., et WATANABE, F.S. (1957). "A Method to Determine Phosphorus Adsorption Maximum of Soils as Measured by the Langmuir Isotherm". *Soil Science Society of America. Proceedings*. **21**, 144-149.

OUELLET, G. (1998). "Caractérisation des effluents de stations piscicoles québécoises". Direction de l'innovation et des technologies - Station technologique piscicole des eaux douces (Québec). 40. Document de recherche R98/06, Québec (Canada), http://www.agr.gouv.qc.ca/pac/publications/fiches/dit/stped/r98_06.html.

OUELLET, G. (1999). "Les rejets des stations piscicoles et leurs impacts environnementaux.". Direction de l'innovation et des technologies - Station technologique piscicole des eaux douces (Québec). Document de recherche, 1-45, Québec (Canada). www.agr.gouv.qc.ca/pac/publications/fiches/dit/stped/t99_05.html.

OVERMAN, A.R., et CHU, R.L. (1977). "A kinetic model of steady state phosphorus fixation in a batch reactor - II. Effect of pH". *Water Research*. **11**, 777-778.

PICHÉ, M. (2003). "Long Term Properties for Steel Slag in Hot Mix Asphalt in Canada". Annual Conference of the Canadian Society for Civil Engineering. Moncton, Nouveau-Brunswick, Canada.

PROCTOR, D.M., FEHLING, K.A., SHAY, E.C., WITTENBORN, J.L., GREEN, J.J., AVENT, C., BIGHAM, R.D., CONNOLLY, M., LEE, B., SHEPKER, T.O., et ZAK, M.A. (2000). "Physical and chemical characteristics of blast furnace, basic oxygen furnace, and electric arc furnace steel industry slag". *Environmental Science and Technology*. **34**, 1576-1582.

SAKADEVAN, K., et BAVOR, H.J. (1998). "Phosphate adsorption characteristics of soils, slags and zeolite to be used as substrates in constructed wetland systems". *Water Research*. **32**, 2, 393-399.

SCHINDLER, P.W., et STUMM, W. (1987). "The surface chemistry of oxides, hydroxides, and oxide minerals". In *Aquatic surface chemistry*. 83-110. N.-Y. Wiley-Interscience.

SNOEYINK, V.L., et JENKINS, D. (1980). "Water Chemistry". 463 p. Wiley, New York (USA).

SOCIÉTÉ DE RECHERCHE ET DE DÉVELOPPEMENT EN AQUACULTURE CONTINENTALE INC. (SORDAC). (2001). "Plan stratégique 2001-2004". Québec (Canada). 20 p.

SOULARD, C. (2001). "Critères de sélection des scories d'aciéries pour la déphosphatation des eaux par lits filtrants". Rapport de stage. Ecole Polytechnique de Montréal. Montréal (Canada).

SPOSITO, G. (1989). "The chemistry of soils". 277 p. Oxford University Press, New York.

SPOSITO, G. (1994). "Chemical Equilibria and Kinetics in soils". Oxford University Press, New York.

STEEFEL, C.I., et VAN CAPPELLEN, P. (1990). "A New Kinetic Approval to Modelling Water-Rock Interaction: The role of Nucleation, Precursors, and Ostwald Ripening". *Geochimica et Cosmochimica Acta*. **54**, 2657-2677.

STUMM, W., et MORGAN, J.J. (1996). "Aquatic Chemistry: Chemical Equilibria and Rates in Natural Waters". Wiley, New York.

U.S. EPA. (1976). "Process Design Manual for Phosphorus Removal, EPA/625/1-76-001a". U.S. Environmental Protection Agency, Center for Environmental Research Information, Water Engineering Research Laboratory. Cincinnati, OH.

VYMAZAL, J., BRIX, H., COOPER, P.F., GREEN, M.B., et HABERL, R. (1998). "Constructed wetlands for wastewater treatment in Europe". 366 p. Backhuys Publishers, Leiden.

YAMADA, H., KAYAMA, M., SAITO, K., et HARA, M. (1986). "A fundamental research on phosphate removal by using slag". *Water Research*. **20**, 5, 547-557.

YAN, J., MORENO, L., et NERETNICKS, I. (2000). "The long-term acid neutralizing capacity of steel slag". *Waste Management*. **20**, 217-223.

ANNEXES

ANNEXE 1: CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX

Tableau A1.1: Composition des scories utilisées

Feb. 20, 2002

Dofasco Slag Analysis by X-Ray Fluorescence

Steel Slag - Sidbec Ispat

	FeO	MnO	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	TiO ₂	S	K ₂ O	V-Ratio
1	34,09	2,55	31,65	14,71	10,25	4,95	0,31	0,91	0,064	0,015	2,15
2	32,63	2,46	32,47	14,83	10,01	5,29	0,27	0,90	0,068	0,013	2,19
3	35,15	2,52	31,12	13,96	9,76	5,10	0,31	0,87	0,067	0,014	2,23
Avg	33,96	2,51	31,75	14,50	10,01	5,11	0,30	0,89	0,066	0,014	2,19

BF Slag - Dofasco

	Fe	Mn	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	TiO ₂	S	K ₂ O	V ₂ O ₅
1	0,74	0,85	38,60	33,90	9,42	12,60	0,30	0,63	1,42	0,41	0,010
2	0,71	1,03	38,24	34,19	9,45	12,97	0,30	0,62	1,30	0,43	0,011
3	0,77	0,94	34,45	34,13	9,50	12,99	0,28	0,60	1,24	0,42	0,009
Avg	0,74	0,94	37,10	34,07	9,46	12,85	0,29	0,62	1,32	0,42	0,010

Note difference in FeO and MnO for steel slag versus Fe and Mn for BF slag

V-Ratio is calculated %CaO/%SiO₂. A common metric for steelmakers. These V-ratios are low. More typical is 2.5-3.5P₂O₅ is not normally reported in BF slag XRF analysis**Tableau A1.2: Résultats des tests de lixiviation****Protocole:** MA. 100 - Lix.2.0 Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

Protocole de lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques

Réalisé: Février 2003

Scories	Granulométrie	Concentration (mg/L)					
		Cadmium	Cuivre	Nickel	Plomb	Zinc	Chrome
HF Dofasco	1,25-2,5 mm	0,040	0,057	0,26	0,19	0,325	0,012
	1,25-2,5 mm	0,042	0,054	0,28	0,20	0,140	0,015
	2,5-5 mm	0,046	0,030	0,20	0,15	0,100	0,015
	2,5-5 mm	0,045	0,051	0,22	0,16	0,060	0,016
FAE Ispat Sidbec	0,63-1,25 mm	0,042	0,050	0,24	0,18	0,650	0,020
	0,63-1,25 mm	0,042	0,051	0,23	0,19	1,78	0,020
	2,5-5 mm	0,051	0,061	0,29	0,24	0,038	0,016
	2,5-5 mm	0,050	0,054	0,27	0,21	0,033	0,016
Témoin	pas de scories	0,020	0,070	0,04	0,04	1,50	< 0,005
Normes déchets solides (mg/L)		0,10	1,00	1,00	0,10	1,00	0,50
Normes matières dangereuses (mg)		0,50			5,00		5,00

ANNEXE 2: FICHE TECHNIQUE DU PRETEST EN COLONNE (EFFLUENT
RÉEL)

Utilisation d'un lit de scories d'aciéries pour l'élimination du phosphore contenu dans le surnageant d'un silo de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland.

AVERTISSEMENT

Le lecteur est avisé que la présente fiche et son contenu sont fournis à titre d'information générale seulement. Il est entendu que le producteur et la Société de recherche et de développement en aquaculture continentale (SORDAC) inc. n'assument aucune responsabilité de quelque nature qu'elle soit, dans l'hypothèse où le lecteur entreprendrait, malgré le présent avertissement, d'appliquer, d'interpréter ou de se servir des résultats ou des conclusions de ladite fiche. Ce projet, d'une durée de 3 mois, a été

INTRODUCTION

réalisé par M. Yves Comeau, Mlle Candice Lospied et M. Mourad Kharoune, École Polytechnique de Montréal, en collaboration avec SIMDAR et M. Yves Boulanger, Pisciculture des Allégany inc., grâce à une aide financière de la SORDAC. Cette étude visait d'une part, à étudier

OBJECTIFS

la faisabilité d'un traitement continu de déphosphatation du surnageant d'un silo d'entreposage de boues de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland par des colonnes à lit de scories d'aciéries, et d'autre part à évaluer l'impact qu'aurait un éventuel colmatage de ces colonnes sur l'efficacité de ce traitement compte tenu des caractéristiques de ce type d'effluent (forte charge en MES et en DCO induisant une croissance microbienne significative).

MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

Le surnageant du silo récoltant les boues des zones de décantation des quatre premières serres d'élevage de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland a été utilisé comme effluent pour alimenter quatre colonnes verticales (diamètre de 10 cm; hauteur de 33 cm) remplies de scories d'aciéries (masse de 4,9 kg; granulométrie de 2,3 à 10 mm). L'alimentation des colonnes se faisait par le bas grâce à des pompes péristaltiques (Figure 1). Quatre débits d'alimentation ont été testés : 0,3 1,1 1,8 et 4,2 L/d résultant en des temps de rétention hydraulique basés sur le volume des vides de 98, 27, 17 et 7 h, respectivement. Les colonnes étaient recouvertes de papier aluminium pour minimiser la croissance d'algues. L'effluent utilisé avait une concentration en orthophosphates et en phosphore total de 12 et 14 mg P/L, respectivement (Tableau 1).

Un suivi du pH, de la concentration de phosphore total, d'orthophosphates, de DCO et de dureté a été réalisé à quatre points de prélèvement (Figure 1) durant la période de 35 jours d'essais.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Quel que soit le débit d'alimentation utilisé, et pour toute la durée des essais, une diminution importante de la concentration en phosphore total, orthophosphates, DCO totale et MES a été observée. Des rendements supérieurs à 95% pour les orthophosphates totaux ont été obtenus (Figure 2).

Au cours des 35 jours d'essais, une croissance microbienne significative formant un biofilm (micro-organismes et algues) a été constatée à la base de chaque colonne. Cette croissance microbienne résultait vraisemblablement de la diminution de la concentration en MES et de la dégradation de la matière particulaire en matière soluble (DCO totale en DCO soluble et phosphore total en orthophosphates). Une solubilisation d'ions OH^- (pH effluent moyen de 10,5) et Ca^{2+} une fixation d'ions Mg^{2+} par les scories ont été observées. Le diamètre suffisamment élevé des particules de scories et la durée des expériences ne nous ont pas permis d'observer un colmatage assez important pour évaluer son impact sur la durabilité de ce procédé de traitement.

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Cette étude préliminaire a permis de démontrer l'efficacité des scories d'aciéries pour l'élimination du phosphore contenu dans le surnageant d'un silo à boues de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland sur une période de 35 jours et ce, malgré la formation d'un biofilm à la base des colonnes. Cependant, une étude à plus long terme, jusqu'à l'obtention d'un colmatage, devrait être réalisée avec et sans prétraitement biologique du surnageant avant son passage dans le lit de scories afin de déterminer la durée de vie et l'efficacité des scories dans les deux cas. L'augmentation du pH durant le traitement requiert une simple dilution de l'effluent traité avec l'effluent non traité de la pisciculture (rejet dans l'étang de sédimentation).

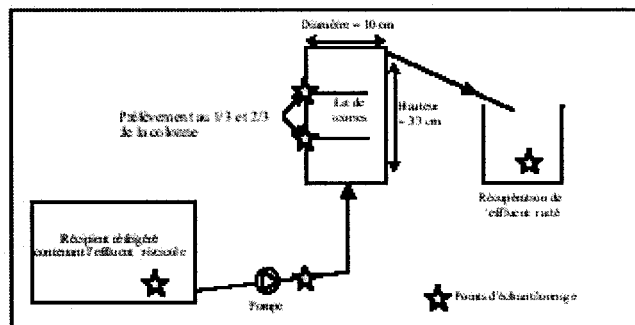


Figure 1. Schéma du montage expérimental.

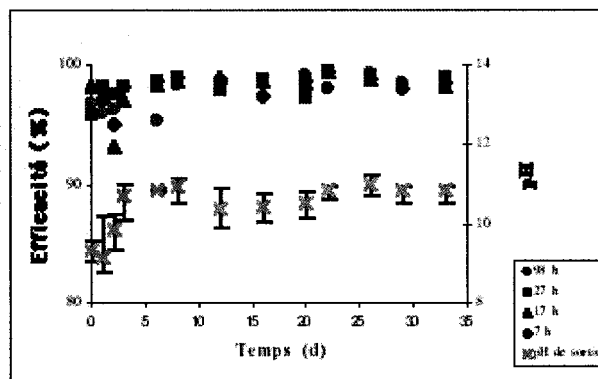


Figure 2. Évolution du pH moyen des effluents et du rendement d'enlèvement des orthophosphates selon les temps de rétention hydraulique des vides (TRHv) testés

Tableau 1. Performances de traitement (%) par les colonnes de scories d'aciéries.

TRHv	Ortho-P	Ptot	DCO totale	DCO soluble	MES	Ca	Mg	pH
	mg P/L	mg P/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	
Surnageant: (Affluent)	12	14	235	100	90	45	1,8	7,3
Effluents:								
98 h	98%	87%	35%	-110%	50%	-40%	90%	10,2
27 h	98%	83%	30%	-75%	55%	-55%	95%	10,6
17 h	98%	80%	40%	-30%	60%	-85%	95%	10,6
7 h	98%	80%	40%	-25%	60%	-75%	90%	10,7

Note: un % négatif indique que la valeur du paramètre est plus élevée à l'effluent qu'à l'affluent

IMPACTS

Les scories d'aciéries se sont révélées être des matériaux réactifs efficaces pour l'élimination du phosphore de l'effluent de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland.

Une bonne gestion des matières décantables par un nettoyage régulier des zones et des bassins de décantation est recommandée (Fiche technique n°2001.1), afin de permettre aux silos de capter le maximum de phosphore et de diminuer ainsi sa teneur dans l'effluent des bassins de décantation. Le traitement par milieu réactif du surnageant des silos, permettrait alors d'en capter efficacement le phosphore dissous. Le pH élevé de l'effluent du lit de scories serait facilement neutralisé par dilution avec l'effluent de la pisciculture (rejet dans l'étang de sédimentation).

POUR INFORMATION

Ce résumé a été préparé par C. Lospied sous la supervision de M. Kharoune et du Pr. Y. Comeau. Les membres actifs de la SORDAC, intéressés par de plus amples renseignements, peuvent obtenir gratuitement une copie du rapport détaillé en transmettant une demande au secrétariat de la SORDAC, 200, chemin Sainte-Foy 12^e étage, Québec (Québec) G1R 4X6 (télécopieur: 418-380-2182); C. élec.: sordac@agr.gouv.qc.ca et en citant la référence suivante: Comeau, Y., C. Lospied, M. Kharoune et Y. Boulanger. 2001. Utilisation d'un lit de scories d'aciéries pour l'élimination du phosphore contenu dans le surnageant d'un silo de la pisciculture de Saint-Damien-de-Buckland. SORDAC. Document de transfert de technologie n°2001.2, 71 p.

ANNEXE 3: RÉSULTATS DES ESSAIS EN CUVÉE

Annexe 3.1a: Résultats des essais en cuvée à pH initiaux différents: H₃PO₄

Date: 28-05-02

Solution source de Phosphore:

H₃PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: pH

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	2,45	2,42			2,45	2,42		
20 min	0,33	6,57	6,44	6,34	6,30	6,86	6,79	6,77	6,80
40 min	0,67	6,59	6,61	6,63		7,23	7,22	7,18	
1 h	1	7,02	6,89	6,84		7,21	7,47	7,48	
2 h	2	7,10	7,13	7,11		7,88	7,91	7,91	
4 h	4	7,25	7,47	7,43		9,05	8,77	8,68	
6 h	6	7,56	7,55	7,56		9,30	9,27	9,27	
10 h	10	8,06	7,77	7,69	7,60	9,96	9,96	9,90	9,69
22 h	22	8,56	8,11	7,99		10,57	10,66	10,67	
24 h	24	8,00	8,00	7,95		10,68	10,73	10,73	
28 h	28	8,89	8,30	8,16	7,81	10,80	10,88	10,89	10,57

Mesure: Conductivité

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	732	763			732	763		
20 min	0,33	327	299	296	292	280	280	278	290
40 min	0,67	310	314	317		295	304	302	
1 h	1	364	331	331		218	301	303	
2 h	2	336	338	342		225	236	238	
4 h	4	334	335	337		215	179	176	
6 h	6	310	315	321		174	179	176	
10 h	10	282	273	278	309	250	218	209	195
22 h	22	251	236	238		316	304	297	
24 h	24	216	228	235		298	316	311	
28 h	28	244	229	230	246	350	352	347	268

Mesure: Phosphore (mgP/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	73,10	80,62			73,10	80,62		
20 min	0,33	66,81	67,90	69,75	66,54	55,16	60,69	58,89	57,40
40 min	0,67	61,55	64,43	64,69		43,73	36,81	49,10	
1 h	1	59,16	62,80	63,04		22,45	22,12	27,06	
2 h	2	52,29	52,76	53,63		17,31	18,34	17,83	
4 h	4	33,89	36,06	41,94		2,85	3,14	3,85	
6 h	6	35,66	37,29	36,19		0,76	0,75	0,91	
10 h	10	21,45	23,81	24,93	31,73	0,24	0,28	0,37	0,44
22 h	22	11,28	12,51	12,58		0,04	0,02	0,03	
24 h	24	10,73	11,72	11,14		0,05	0,03	0,04	
28 h	28	8,88	9,42	9,87	14,81	0,05	0,02	0,04	0,22

Date: 28-05-02**Solution source de Phosphore:**H₃PO₄

Vol=700 mL

Scories: diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Ca (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,80	1,86			0,80	1,86		
20 min	0,33	52,30	52,00	51,90	52,70	55,00	56,60	57,00	60,00
40 min	0,67	55,00	57,20	57,00		25,00	25,80	25,20	
1 h	1	49,00	55,20	57,00		14,20	21,70	22,50	
2 h	2	57,00	51,80	47,20		36,50	37,80	37,80	
4 h	4	18,00	24,20	25,50		24,90	25,30	25,50	
6 h	6	45,50	27,00	24,30		27,00	27,00	26,50	
10 h	10	20,10	22,20	37,10	45,50	34,50	35,50	34,20	31,00
22 h	22	18,60	26,00	27,00		18,50	27,80	26,70	
24 h	24	23,00	25,50	26,20		48,00	32,00	30,10	
28 h	28	21,20	22,90	24,20	30,00	52,40	42,20	56,00	36,40

Mesure: Mg (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,06	0,19			0,06	0,19		
20 min	0,33	0,39	3,97	3,81	3,79	1,30	1,29	1,29	1,29
40 min	0,67	4,41	4,45	4,48		1,62	1,56	1,59	
1 h	1	5,00	5,05	4,90		1,70	1,67	1,78	
2 h	2	5,70	5,90	5,84		2,00	2,00	2,02	
4 h	4	5,85	6,18	6,26		1,75	1,78	1,79	
6 h	6	6,68	6,53	6,56		1,71	1,79	1,77	
10 h	10	6,28	6,76	7,03	6,93	1,71	1,68	1,82	1,94
22 h	22	6,85	7,51	7,73		0,80	0,70	0,80	
24 h	24	7,19	7,70	7,74		0,71	0,68	0,66	
28 h	28	7,25	7,60	7,86	2,34	0,62	0,52	0,55	1,23

Mesure: Dureté

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	2,26	5,42			2,26	5,42		
20 min	0,33	132,36	146,27	145,36	147,28	142,83	146,79	147,79	155,29
40 min	0,67	155,57	161,24	160,86		69,14	70,89	69,52	
1 h	1	142,99	158,70	162,58		42,47	61,09	63,55	
2 h	2	165,86	153,68	141,93		99,45	102,70	102,78	
4 h	4	68,98	85,83	89,41		69,42	70,55	71,09	
6 h	6	141,13	94,26	87,64		74,51	74,84	73,50	
10 h	10	75,99	83,20	121,56	142,15	93,26	95,64	92,96	85,45
22 h	22	74,57	95,78	99,18		49,53	72,37	70,03	
24 h	24	86,97	95,31	97,22		122,91	82,79	77,95	
28 h	28	82,71	88,40	92,71	84,59	133,55	107,65	142,25	96,04

[illegible][illegible][illegible]

Date: 28-05-02**Solution source de Phosphore:**H₃PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Na (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0,00	1,92	1,60			1,92	1,60		
20 min	0,33	13,80	5,83	3,80	3,30	3,72	3,57	3,43	3,50
40 min	0,67								
1 h	1,00								
2 h	2,00								
4 h	4,00								
6 h	6,00								
10 h	10,00	16,00	5,76	4,00	3,60	16,00	5,90	4,58	4,08
22 h	22,00								
24 h	24,00								
28 h	28,00	13,50	5,31	4,00	3,72	14,00	5,68	4,48	4,07

Mesure: K (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0,00	0,25	0,16			0,25	0,16		
20 min	0,33	1,42	1,57	1,38	1,44	0,61	0,50	0,45	0,72
40 min	0,67								
1 h	1,00								
2 h	2,00								
4 h	4,00								
6 h	6,00								
10 h	10,00	1,82	1,91	2,00	1,88	0,72	0,65	0,64	1,07
22 h	22,00								
24 h	24,00								
28 h	28,00	1,80	2,00	1,90	2,00	0,70	0,77	0,67	1,02

Annexe 3.1b: Résultats des essais en cuvée à pH initiaux différents: KH_2PO_4

Date: 07-05-02
Solution source de Phosphore: KH_2PO_4 Vol=700 mL
Scories: diamètre: 0,63-1,25 mm
 Quantité par batch: 35 g
Rotation: 175 rpm
Température: 22°C

Mesure: pH

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	5,17	5,17	5,17		5,17	5,17	5,17	
20 min	0,33	6,95	7,00	6,97	7,12	7,34	7,43	7,39	
40 min	0,67	7,22	7,27	7,22		7,84	7,91	7,89	
1 h	1	7,44	7,48	7,40		8,27	8,27	8,28	
2 h	2	7,74	7,81	7,74		9,10	9,10	9,14	
4 h	4	8,14	8,16	8,10		9,84	9,86	9,85	
6 h	6	8,03	8,10	8,12		10,12	10,12	10,14	
10 h	10	8,45	8,40	8,38	7,93	10,39	10,52	10,50	10,31
22 h	22	9,14	9,00	9,06		11,04	11,14	11,06	
24 h	24	9,20	9,04	9,09		11,13	11,17	11,16	
28 h	28	9,37	9,05	9,29	8,72	11,19	11,23	11,25	10,85

Mesure: Conductivité

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	274	274			274	274		
20 min	0,33	385	392	388	423	365	378	374	
40 min	0,67	397	410	397		365	370	373	
1 h	1	402	405	403		347	353	355	
2 h	2	396	402	402		304	317	317	
4 h	4	373	370	374		308	308	314	
6 h	6	343	351	360		312	324	326	
10 h	10	319	320	326	368	333	351	348	331
22 h	22	301	305	303		480	515	492	
24 h	24	298	305	304		495	524	522	
28 h	28	298	312	300	331	544	558	563	400

Mesure: Phosphore

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	75,06	75,06	75,06		75,06	75,06	75,06	75,06
20 min	0,33	64,53	65,65	64,98		56,20	52,52	54,37	
40 min	0,67	59,68	60,17	60,49		47,22		46,46	
1 h	1	56,52	55,55	56,86		40,20	39,81	40,57	
2 h	2	48,64	47,31	49,74		28,74	28,80	28,63	
4 h	4	38,26	37,47	40,13		20,92	20,04	20,43	
6 h	6	33,35	32,59	34,07		15,21	14,90	15,21	
10 h	10	24,00	22,84	24,95	32,52	4,97	3,87	4,78	12,61
22 h	22	16,91	15,32	16,82		0,15	0,10	0,10	
24 h	24	15,95	13,78	16,35		0,12	0,06	0,09	
28 h	28	13,84	13,88	16,71	20,90	0,10	0,06	0,07	0,76

Date: 07-05-02**Solution source de Phosphore:**KH₂PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre: 0,63-1,25 mm

Quantité par batch: 35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Ca (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,30				0,30			
20 min	0,33	25,20	26,00	25,00	31,20	21,50	22,50	21,50	
40 min	0,67	28,10	30,50	29,70		19,40	20,10	20,00	
1 h	1	29,30	30,70	30,90		13,30	13,30	14,10	
2 h	2	26,20	26,90			4,08	4,17	4,46	
4 h	4	17,60	17,80	19,30		2,15	2,24	2,44	
6 h	6	13,10	13,10	14,40		1,78	1,29	1,65	
10 h	10	5,56	5,88	6,33	12,20	1,71	1,76	1,70	1,42
22 h	22	4,44	4,96	4,45		16,20	19,50	20,70	
24 h	24	4,20	4,85	4,34		18,60	21,30	18,80	
28 h	28	3,23	4,70	3,15	5,52	21,60	16,80	17,40	4,50

Mesure: Mg (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,07				0,07			
20 min	0,33	1,14	1,10	1,10	2,61	0,39	0,40	0,38	
40 min	0,67	1,47	1,52	1,50		0,41	0,40	0,40	
1 h	1	1,82	1,82	1,81		0,36	0,37	0,38	
2 h	2	2,23	2,20			0,23	0,22	0,23	
4 h	4	2,29	2,19	2,39		0,11	0,12	0,12	
6 h	6	2,16	2,15	2,32		0,11	0,10	0,10	
10 h	10	1,73	1,90	2,03	3,65	0,12	0,11	0,11	0,11
22 h	22	1,79	2,09	1,94		0,22	0,23	0,21	
24 h	24	1,78	2,10	1,94		0,23	0,22	0,21	
28 h	28	1,77	2,50	1,94	3,21	0,27	0,23	0,24	0,15

Mesure: Dureté

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	1,04				1,04			
20 min	0,33	67,67	69,51	67,01		55,34	57,88	55,29	
40 min	0,67	76,27	82,48	80,40		50,17	51,89	51,64	
1 h	1	80,71	84,21	84,67		34,74	34,78	36,79	
2 h	2	74,64	76,27	0,00		11,14	11,32	12,09	
4 h	4	53,39	53,48	58,05		5,83	6,08	6,58	
6 h	6	41,60	41,56	45,51		4,88	3,61	4,51	
10 h	10	20,99	22,49	24,14		4,75	4,85	4,70	
22 h	22	18,44	20,97	19,08		41,39	49,68	52,60	
24 h	24	17,80	20,73	18,80		47,42	54,16	47,86	
28 h	28	15,33	22,00	15,83		55,09	42,94	44,48	

Date: 07-05-02**Solution source de Phosphore:**KH₂PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Fer (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0	0	0		0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Mesure: Mn (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0,045	0,039	0,049	0,06	0	0	0	
40 min	0,67	0,044	0,045	0,031		0	0	0	
1 h	1	0,054	0,041	0,034		0	0	0	
2 h	2	0,034	0,026			0	0	0	
4 h	4	0,018	0,015	0,014		0	0	0	
6 h	6	0,009	0,009	0,009		0	0	0	
10 h	10	0	0	0	0,013	0	0	0	0
22 h	22	0	0	0		0	0	0	
24 h	24	0	0	0		0	0	0	
28 h	28	0	0	0	0,01	0	0	0	0

Mesure: Al (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0	0	
40 min	0,67	0	0	0		0	0	0	
1 h	1	0	0	0		0	0	0	
2 h	2	0	0	0		0	0	0	
4 h	4	0	0	0		0,22	0,15	0,15	
6 h	6	0	0	0		0,41	0,37	0,35	
10 h	10	0	0	0	0	2,28	2,29	2,16	1,02
22 h	22	0	0	0		1,34	1,13	1,07	
24 h	24	0	0	0		1,19	1,02	1,17	
28 h	28	0	0	0	0	1,31	1,18	1,18	3,14

Date: 07-05-02**Solution source de Phosphore:**KH₂PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Cu (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Mesure: Pb (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Mesure: Zn (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,032	0			0,032	0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Date: 07-05-02**Solution source de Phosphore:**KH₂PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Na (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	2,18				2,18			
20 min	0,33	2,83	2,75	2,70	3,65	2,52	2,51	2,55	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	3,11	2,76	2,75	3,87	2,72	2,63	2,64	2,68
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	2,85	2,82	2,87	3,82	2,80	2,78	2,80	2,70

Mesure: K (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	100,00				100,00			
20 min	0,33	87,90	89,00	87,00	82,00	93,30	89,40	90,00	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	76,10	79,50	81,70	82,00	81,60	87,00	87,50	87,40
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	77,10	78,20	77,30	80,00	88,90	88,20	87,40	83,30

Annexe 3.1c: Résultats des essais en cuvée à pH initiaux différents: K₂HPO₄

Date: 16-05-02
Solution source de Phosphore: K₂HPO₄ Vol=700 mL
Scories: diamètre: 0,63-1,25 mm
 Quantité par batch: 35 g
Rotation: 175 rpm
Température: 22°C

Mesure: pH

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0	8	8,39		#REF!	8	8,39		#REF!
20 min	0,33	8,23	8,26	7,98		9,59	9,6	9,66	
40 min	0,67	8,33	8,31	8,33		9,87	9,86	9,93	
1 h	1	8,4	8,47	8,47		10,07	10,04	10,07	
2 h	2	8,58	8,62	8,5		10,26	10,26	10,28	
4 h	4	8,69	8,81	8,87		10,43	10,4	10,43	
6 h	6	9	9,09	9,14		10,57	10,57	10,55	
10 h	10	9,4	9,47	9,48	9,52	10,77	10,76	10,75	10,61
22 h	22	9,83	9,92	9,91		11,01	11,13	11,1	
24 h	24	9,85	9,93	9,95		11,1	11,13	11,13	
28 h	28	9,97	10,05	10,09	9,94	11,22	11,3	11,3	10,95

Mesure: Conductivité

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0	583	621		#REF!	583	621		#REF!
20 min	0,33	569	592	590		557	589	595	
40 min	0,67	559	588	591		590	599	602	
1 h	1	559	591	593		595	601	604	
2 h	2	558	586	583		598	606	611	
4 h	4	548	578	580		607	614	618	
6 h	6	569	580	579		623	628	630	
10 h	10	545	569	569	570	642	645	651	641
22 h	22	553	589	565		713	759	755	
24 h	24	588	595	595		747	772	760	
28 h	28	591	593	593	596	804	834	823	691

Mesure: Phosphore (mgP/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0	71,83	72,41			71,83	72,41		
20 min	0,33	70,12	69,10	70,33		64,72	63,398	64,061	
40 min	0,67	68,76	67,33	68,40		58,74	60,518	61,056	
1 h	1	63,96	63,41	62,77		55,09	57,514	55,958	
2 h	2	60,96	61,27	63,19		51,65	51,715	52,224	
4 h	4	58,91	58,89	58,35		43,85	44,41	46,214	
6 h	6	56,42	58,71	56,76		38,57	38,726	40,205	
10 h	10	52,35	52,43	52,55	53,84	27,96	27,792	28,896	38,79
22 h	22	41,93	41,57	41,80		4,56	3,1968	5,28	
24 h	24	40,67		40,92		2,25	1,2	2,5248	
28 h	28	38,59	38,44	38,27	46,94	0,536	0,2333	0,3494	23,11

Date: 16-05-02

Solution source de Phosphore:

K₂HPO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Ca (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,38	0,54			0,38	0,54		
20 min	0,33	6,32	6,31	6,35		4,27	3,8	3,72	
40 min	0,67	6,26	6,6	6,4		3	3	3	
1 h	1	6,39	6,38	6,28		2,58	2,61	2,64	
2 h	2	5,73	5,39	5		2,35	2,32	2,11	
4 h	4	5,02	4,18	4,82		2,77	1,93	2,64	
6 h	6	4,4	4,34	4,36		2,27	1,5	2,2	
10 h	10	3,59	3,34	3,41	3,29	1,21	1,31	1,4	1,8
22 h	22	2,59	3,45	2,4		1,8	1,75	1,62	
24 h	24	3,69	3,46	3,4		3	3,92	2,45	
28 h	28	3,39	3,73	3,81	2,94	7,82	10	7,69	1,14

Mesure: Mg (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0,046	0,047			0,046	0,047		
20 min	0,33	1,3	1,34	1,29		0,275	0,212	0,18	
40 min	0,67	1,35	1,53	1,44		0,224	0,2	0,175	
1 h	1	1,52	1,6	1,51		0,217	0,2	0,183	
2 h	2	1,51	1,56	1,42		0,206	0,188	0,164	
4 h	4	1,41	1,34	1,42		0,204	0,133	0,16	
6 h	6	1,3	1,35	1,31		0,144	0,1	0,118	
10 h	10	1,18	1,25	1,14	0,907	0,138	0,13	0,128	0,102
22 h	22	1,08	1,24	1,05		0,113	0,1	0,1	
24 h	24	1,24	1,22	1		0,112	0,105	0,097	
28 h	28	1,25	1,34	1,29	0,79	0,154	0,152	0,13	0,089

Mesure: Dureté

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	1,1385	1,5426	0		1,1385	1,5426	0	
20 min	0,33	21,128	21,267	21,162		11,802	10,369	10,038	
40 min	0,67	21,183	22,77	21,902		8,418	8,3197	8,2172	
1 h	1	22,205	22,507	21,889		7,3393	7,3447	7,35	
2 h	2	20,514	19,868	18,32		6,7193	6,5705	5,9471	
4 h	4	18,329	15,942	17,87		7,7611	5,3701	7,2557	
6 h	6	16,328	16,383	16,269		6,2652	4,1598	5,9836	
10 h	10	13,811	13,473	13,197		3,5906	3,8078	4,0246	
22 h	22	10,901	13,707	10,303		4,9631	4,7848	4,4598	
24 h	24	14,307	13,65	12,598		7,959	10,23	6,5225	
28 h	28	13,598	14,817	14,812		20,181	25,623	19,758	

Date: 16-05-02**Solution source de Phosphore:**K₂HPO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Fer (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0,011	0,015	0,01		0,01	0,015	0,009	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0,011	0,016	0,019	0,015	0,055	0,051	0,058	0,014
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0,017	0,033	0,035	0,018	0	0	0	0,01

Mesure: Mn (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0	0,012			0	0,012		
20 min	0,33	0,031	0,028	0,029		0	0	0	
40 min	0,67	0,025	0,03	0,034		0	0	0	
1 h	1	0,028	0,034	0,033		0	0	0	
2 h	2	0,032	0,03	0,021		0	0	0,303	
4 h	4	0,051	0,028	0,047		0	0	0	
6 h	6	0,056	0,056	0,06		0	0	0	
10 h	10	0,044	0,048	0,049	0,035	0	0	0	0
22 h	22	0,035	0,086	0,041		0	0	0	
24 h	24	0,074	0,076	0,075		0	0	0	
28 h	28	0,065	0,092	0,087	0,041	0	0	0	0

Mesure: Al (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	0				0			
20 min	0,33	0,09	0,08	0,09		0	0	0	
40 min	0,67	0,15	0,11	0,14		0,07	0,05	0,07	
1 h	1	0,15	0,14	0,15		0,08	0,08	0,1	
2 h	2	0,3	0,24	0,17		0,16	0,1	0,16	
4 h	4	0,54	0,3	0,48		0,33	0,25	0,35	
6 h	6	0,59	0,6	0,6		0,45	0,42	0,5	
10 h	10	0,53	0,59	0,55	0,5	0,93	0,98	1,11	0,62
22 h	22	0,61	0,92	0,69		1,64	1,64	1,95	
24 h	24	0,87	0,92	0,88		1,63	1,49	1,83	
28 h	28	0,87	1	1,06	0,6	1,12	1,1	1,53	1,58

Date: 16-05-02**Solution source de Phosphore:**K₂HPO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Cu (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0	0,032	0,021			0,032	0,021		
20 min	0,33	0,024	0,014	0,016		0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Mesure: Pb (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0	0	0			0	0		
20 min	0,33	0	0	0		0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Mesure: Zn (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0	0	0			0	0		
20 min	0,33	0	0	0		0	0	0	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	0	0	0	0	0	0	0	0

Date: 16-05-02**Solution source de Phosphore:**K₂HPO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Na (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	1,81	1,79			1,81	1,79		
20 min	0,33	3,66	3,65	3,77		4	4,22	4	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	3,8	3,78	3,78	3,69	4,44	4,58	4,5	4,65
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	14	13	13	13,2	13	12,8	12	4,85

Mesure: K (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	180	190			180	190		
20 min	0,33	180	175	184		175	178	180	
40 min	0,67								
1 h	1								
2 h	2								
4 h	4								
6 h	6								
10 h	10	170	174	176	154	175	170	177	162
22 h	22								
24 h	24								
28 h	28	160	162	160	155	175	177	177	160

Annexe 3.1d: Résultats des essais en cuvée à pH initiaux différents: K_2HPO_4+KOH

Date: 06-mars-02

Solution source de Phosphore:

K_2HPO_4+KOH

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: pH

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	10,56	10,46			10,56	10,46		
20 min	0,33	10,10	10,08	10,05	10,10	10,48	10,50	10,51	10,52
40 min	0,67	9,93	10,01	9,99		10,57	10,58	10,57	
1 h	1	9,97	9,95	10,00		10,62	10,59	10,64	
2 h	2	9,81	9,93	9,95		10,71	10,72	10,73	
4 h	4	9,88	9,88	9,93		10,81	10,83	10,84	
6 h	6	9,96	9,92	9,91		10,82	10,87	10,85	
10 h	10	10,07	10,03	10,04	10,05	10,95	10,99	10,99	10,92
22 h	22	10,20	10,19	10,20		11,18	11,19	11,19	
24 h	24	10,18	10,17	10,21		11,21	11,22	11,22	
28 h	28	10,14	10,15	10,18	10,15	11,27	11,30	11,30	11,15

Mesure: Conductivité

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0	736	754			736	754		
20 min	0,33	718	704	700	682	713	744	748	744
40 min	0,67	653	688	689		715	744	744	
1 h	1	657	686	688		697	731	747	
2 h	2	652	681	684		721	754	754	
4 h	4	638	678	683		731	768	770	
6 h	6	698	687	683		762	786	775	
10 h	10	691	686	680	681	796	810	808	760
22 h	22	658	677	678		828	870	866	
24 h	24	643	675	676		833	876	874	
28 h	28	710	686	710	687	895	923	918	856

Mesure: Phosphore (mgP/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0,00	75,24				75,24			
20 min	0,33	67,08	67,73	71,05	67,20	64,68	64,91	64,39	65,96
40 min	0,67	67,20	65,76	67,98		59,52	61,85	63,70	
1 h	1,00	67,34	68,53	65,29		57,92	61,56	59,59	
2 h	2,00	61,17	64,72	64,39		52,26	56,23	54,69	
4 h	4,00	60,41	62,73	64,82		45,95	49,47	48,49	
6 h	6,00	58,59	60,65	60,19		40,91	42,81	42,59	
10 h	10,00	57,61	57,22	59,07	59,23	32,67	33,11	33,47	6,84
22 h	22,00	49,69	49,31	48,41		11,26	10,86	11,21	
24 h	24,00	46,31	48,67	47,85		8,17	7,48	8,08	
28 h	28,00	44,73	44,99	45,18	52,51	3,29	2,46	3,09	19,41

Date: 06-mars-02

Solution source de Phosphore:

K₂HPO₄+KOH

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Ca (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,27				0,27			
20 min	0,33	2,43	2,33	2,33	2,06	2,70	2,70	2,69	2,44
40 min	0,67	2,66	2,72	2,50		2,62	3,00	2,76	
1 h	1,00	2,65	2,73	2,64		2,29	2,68	2,57	
2 h	2,00	3,00	3,01	2,74		2,21	2,49	2,50	
4 h	4,00	3,70	3,00	2,32		2,55	2,34	1,95	
6 h	6,00	5,33	4,14	4,15		3,20	2,44	2,80	
10 h	10,00	6,07	3,21	4,26	2,84	1,80	2,30	1,04	1,48
22 h	22,00	3,77	3,53	3,36		1,33	2,12	1,22	
24 h	24,00	3,77	3,18	3,11		1,50	1,09	1,29	
28 h	28,00	5,15	2,54	3,03	2,72	1,78	2,26	1,74	1,09

Mesure: Mg (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,04	0,05			0,04	0,05		
20 min	0,33	0,75	0,78	0,75	0,71	0,20	0,15	0,13	0,14
40 min	0,67	0,80	0,79	0,82		0,16	0,15	0,14	
1 h	1,00	0,84	0,84	0,86		0,16	0,17	0,16	
2 h	2,00	0,91	0,89	0,93		0,17	0,18	0,18	
4 h	4,00	1,00	0,91	0,84		0,19	0,17	0,13	
6 h	6,00	1,16	1,02	1,07		0,21	0,14	0,15	
10 h	10,00	1,40	1,04	1,20	1,08	0,12	0,15	0,06	0,12
22 h	22,00	0,94	0,96	0,98		0,05	0,05	0,05	
24 h	24,00	0,96	0,94	0,93		0,06	0,07	0,06	
28 h	28,00	1,31	0,87	0,96	0,74	0,08	0,08	0,07	0,22

Mesure: Dureté

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,83	0,20			0,83	0,20		
20 min	0,33	9,15	9,00	8,88		7,56	7,36	7,25	
40 min	0,67	9,91	10,05	9,60		7,22	8,13	7,49	
1 h	1,00	10,07	10,28	10,14		6,39	7,38	7,08	
2 h	2,00	11,23	11,18	10,66		6,24	6,97	6,99	
4 h	4,00	13,35	11,23	9,23		7,15	6,56	5,42	
6 h	6,00	18,08	14,53	14,76		8,85	6,67	7,59	
10 h	10,00	20,91	12,29	15,57		5,00	6,36	2,83	
22 h	22,00	13,28	12,76	12,42		3,54	5,50	3,26	
24 h	24,00	13,35	11,78	11,60		4,00	3,00	3,47	
28 h	28,00	18,24	9,90	11,49		4,78	5,97	4,62	

Date: 06-mars-02

Solution source de Phosphore:

K₂HPO₄+KOH

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Fer (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,00	0,00			0,00	0,00		
20 min	0,33	0,02	0,03	0,03	0,01	0,03	0,04	0,03	0,04
40 min	0,67								
1 h	1,00								
2 h	2,00								
4 h	4,00								
6 h	6,00								
10 h	10,00	0,02	0,10	0,12	0,07	0,05	0,04	0,02	0,07
22 h	22,00								
24 h	24,00								
28 h	28,00	0,16	0,09	0,12	0,08	0,03	0,05	0,03	0,02

Mesure: Mn (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,00	0,00			0,00	0,00		
20 min	0,33	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,00	0,00	0,00
40 min	0,67	0,01	0,01	0,01		0,00	0,00	0,00	
1 h	1,00	0,01	0,02	0,02		0,00	0,00	0,00	
2 h	2,00	0,02	0,03	0,03		0,00	0,00	0,00	
4 h	4,00	0,05	0,03	0,02		0,00	0,00	0,00	
6 h	6,00	0,10	0,07	0,08		0,00	0,00	0,00	
10 h	10,00	0,36	0,18	0,23	0,11	0,00	0,00	0,00	0,00
22 h	22,00	0,08	0,08	0,08		0,00	0,00	0,00	
24 h	24,00	0,08	0,07	0,07		0,00	0,00	0,00	
28 h	28,00	0,34	0,13	0,17	0,13	0,00	0,00	0,00	0,00

Mesure: Al (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,10	0,00			0,10	0,00		
20 min	0,33	0,21	0,23	0,21	0,24	0,15	0,22	0,24	0,21
40 min	0,67	0,34	0,30	0,31		0,19	0,16	0,14	
1 h	1,00	0,50	0,40	0,43		0,25	0,21	0,20	
2 h	2,00	0,57	0,60	0,62		0,36	0,38	0,37	
4 h	4,00	1,02	1,00	0,70		0,62	0,68	0,60	
6 h	6,00	1,43	1,09	1,27		1,17	0,91	0,93	
10 h	10,00	1,98	1,21	1,64	1,15	1,41	1,43	1,59	1,33
22 h	22,00	1,47	1,45	1,40		3,23	3,15	3,00	
24 h	24,00	1,42	1,44	1,43		3,42	3,37	3,17	
28 h	28,00	2,13	1,30	1,47	1,24	3,53	3,65	3,69	3,07

Mesure:		Cu (mg/L)							
Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoins
0 min	0,00	0,00	0,01			0,00	0,01		
20 min	0,33	0,01	0,02	0,01	0,00	0,02	0,01	0,01	0,00
40 min	0,67								
1 h	1,00								
2 h	2,00								
4 h	4,00								
6 h	6,00								
10 h	10,00	0,03	0,02	0,02	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01
22 h	22,00								
24 h	24,00								
28 h	28,00	0,02	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

[illegible][illegible]

Date: 06-mars-02

Solution source de Phosphore:

K₂HPO₄+KOH

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Na (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0,00	2,20	2,28			2,20	2,28		
20 min	0,33	17,50	6,10	4,69	4,26	4,80	4,63	4,50	4,50
40 min	0,67								
1 h	1,00								
2 h	2,00								
4 h	4,00								
6 h	6,00								
10 h	10,00	18,00	6,32	4,65	4,40	16,80	6,33	5,32	4,87
22 h	22,00								
24 h	24,00								
28 h	28,00	15,00	4,84	12,00	4,41	14,70	5,49	5,16	5,10

Mesure: K (mg/L)

Temps		Dofasco				Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Témoin
0 min	0,00	208,00	205,00			208,00	205,00		
20 min	0,33	200,00	202,00	202,00	190,00	202,00	208,00	218,00	197,00
40 min	0,67								
1 h	1,00								
2 h	2,00								
4 h	4,00								
6 h	6,00								
10 h	10,00	188,00	196,00	203,00	180,00	184,00	200,00	200,00	184,00
22 h	22,00								
24 h	24,00								
28 h	28,00	193,00	192,00	198,00	180,00	197,00	205,00	212,00	183,00

Annexe 3.1e: Résultats des essais en cuvette: eau distillée sans phosphore

Date: 19-09-02
Solution source de Phosphore: aucune Vol=700
Scories: diamètre: 0,63-1,25 mm
 Quantité par batch: 35 g
Rotation: 175 rpm
Température: 22°C

Mesure: pH

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	7,29			7,29		
20 min	0,33	8,72	9,02	7,66	10,00	9,99	10,05
40 min	0,67	8,54	7,71	8,72	10,23	10,22	10,22
1 h	1	9,08	8,73	9,02	10,33	10,32	10,38
2 h	2	9,29	8,81	7,92	10,58	10,58	10,57
4 h	4	9,45	9,58	9,33	10,73	10,70	10,06
6 h	6	9,60	9,59	8,63	10,76	10,27	10,72
10 h	10	9,73	9,88	9,63	10,85	10,81	10,82
22 h	22	10,22	10,26	10,15	10,97	10,92	10,90
24 h	24	10,31	10,27	10,19	10,99	10,93	10,93
28 h	28	10,50	10,44	10,32	11,03	10,98	11,00

Mesure: Conductivité

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	23			23		
20 min	0,33	100,2	100,3	94,3	120,3	113,9	116,2
40 min	0,67	103,6	103,6	100,8	154	145	144
1 h	1	110	107,5	105,2	180	169	169
2 h	2	118,4	113,4	108,6	233	226	219
4 h	4	138	136	121,8	281	271	181
6 h	6	155	148	129,2	309	180	294
10 h	10	173	171	153	351	328	333
22 h	22	236	233	207	419	387	379
24 h	24	252	238	216	422	387	389
28 h	28	285	269	236	440	414	418

Mesure: Phosphore (mgP/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0						
20 min	0,33	0,078	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0,019	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Date: 19-09-02**Solution source de Phosphore:**

aucune Vol=700

Scories:

diamètre: 0,63-1,25 mm

Quantité par batch: 35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Ca (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0,12			0,12		
20 min	0,33	12,8	12,1	11,5	14,4	13,1	13,6
40 min	0,67	13,1	12,7	12,2	17,7	17,1	17,1
1 h	1	13,3	12,9	12,5	20	19,4	19,6
2 h	2	14,1	13,7	12,5	26,8	26	18
4 h	4	16,5	16	14,1	38,1	20,6	15,1
6 h	6	18,6	17,4	16,3	36,5	29,3	37,3
10 h	10	22,7	21,5	18,6	22	21,4	18
22 h	22	31,7	30,2	26,4	29,8	30,9	35,7
24 h	24	31,9	34,4	27,8	26,3	34,2	31
28 h	28	37,6	36	30,9	15,7	17,3	17

Mesure: Mg (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0,025			0,025		
20 min	0,33	0,73	0,73	0,73	0,18	0,16	0,16
40 min	0,67	0,75	0,76	0,79	0,19	0,16	0,16
1 h	1	0,79	0,83	0,9	0,19	0,16	0,15
2 h	2	1,02	1,04	1,07	0,2	0,16	0,15
4 h	4	1,28	1,27	1,3	0,2	0,16	0,15
6 h	6	1,39	1,42	1,45	0,21	0,16	0,18
10 h	10	1,71	1,7	1,78	0,24	0,18	0,18
22 h	22	1,4	1,46	1,89	0,23	0,18	0,18
24 h	24	1,35	1,31	1,82	0,23	0,21	0,18
28 h	28	1,15	1,21	1,72	0,2	0,19	1,89

Mesure: Dureté

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0,4025	0		0,4025	0	
20 min	0,33	34,992	33,242	31,742	36,738	33,406	34,656
40 min	0,67	35,824	34,865	33,738	45,029	43,406	43,406
1 h	1	36,488	35,652	34,939	50,779	49,156	49,615
2 h	2	39,43	38,512	35,635	67,82	65,656	45,615
4 h	4	46,496	45,205	40,578	96,07	52,156	38,365
6 h	6	52,197	49,32	46,693	92,111	73,906	93,988
10 h	10	63,758	60,717	53,795	55,984	54,238	45,738
22 h	22	84,988	81,484	73,746	75,443	77,988	89,988
24 h	24	85,283	91,369	76,959	66,693	86,361	78,238
28 h	28	98,713	94,959	84,299	40,07	44,029	50,246

Date: 19-09-02**Solution source de Phosphore:**

aucune

Vol=700

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Fer (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	0	0	0	0	0	0
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0	0	0	0	0	0

Mesure: Mn (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	0	0	0	0	0	0
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0	0	0	0	0	0

Mesure: Al (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	13,3	12,9	12,5
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	14,1	13,7	12,5	16,5	16	14,1
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	18,6	17,4	16,3	31,7	30,2	26,4

Date: 19-09-02**Solution source de Phosphore:**

aucune

Vol=700

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Cu (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	0	0	0	0	0	0
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0	0	0	0	0	0

Mesure: Pb (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	0	0	0	0	0	0
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0	0	0	0	0	0

Mesure: Zn (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	0	0	0	0	0	0
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0	0	0	0	0	0

Date: 19-09-02**Solution source de Phosphore:**

aucune Vol=700

Scories:

diamètre: 0,63-1,25 mm

Quantité par batch: 35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Na (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	4			4		
20 min	0,33	5,64	5,48	5,11	6	5,82	5,77
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	6,24	6,12	6,13	5,61	5,41	5,55
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	6,32	6,18	6,24	6,44	6,26	6,59

Mesure: K (mg/L)

Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0,05			0,05		
20 min	0,33	1,22	1,04	0,83	1,65	1,55	1,42
40 min	0,67						
1 h	1						
2 h	2						
4 h	4						
6 h	6						
10 h	10	2,06	2	1,9	0,49	0,4	0,4
22 h	22						
24 h	24						
28 h	28	0,78	0,88	0,92	0,89	0,92	0,86

Annexe 3.2a: Résultats des essais en cuvée à températures différentes: 5°C

Date: 8-1-03

Solution source de Phosphore:

KH₂PO₄

Vol=700 mL

Scories: diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

5C

Mesure:		pH						Mesure:		Ca (mg/L)					
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	6,18			6,18			0 min	0	6,02			6,02		
30 min	0,50	7,51	7,21	7,13	7,35	7,28	7,31	30 min	0,50	27,20	37,70	37,30	27,70	27,90	28,80
1h	1	7,5	7,43	7,37	7,6	7,62	7,65	1h	1	41,00	42,00	31,00	31,00	30,00	31,20
2h	2	7,78	7,7	7,73	7,91	7,93	7,91	2h	2	17,80	29,00	12,70	26,00	25,80	23,30
5h	5	8	7,89	7,94	8,13	8,29	8,36	5h	5	25,70	31,00	29,00	10,90	9,90	9,30
10h	10	8,28	8,17	8,19	9,01	9,09	9,2	10h	10	15,70	20,90	19,10	4,60	4,10	3,70
22 h	22	8,87	8,53	8,6	9,73	9,55	9,79	22 h	22	10,00	13,20	12,30	2,51	3,78	2,50
24 h	24	8,95	8,61	8,67	9,82	9,6	9,83	24 h	24	9,67	12,30	12,00	2,52	3,74	2,33
28 h	28	9,07	8,76	8,78	9,95	9,75	9,96	28 h	28	9,50	11,40	11,00	2,45	3,58	2,37

Mesure:		Conductivité						Mesure:		Mg (mg/L)					
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	320			320			0 min	0	1,70			1,70		
30 min	0,50	500	435	421	404	412	416	30 min	0,50	2,83	2,68	2,54	2,50	2,01	2,03
1h	1	442	435	431	415	420	423	1h	1	2,94	2,86	2,68	2,12	2,10	2,06
2h	2	432	439	436	399	406	403	2h	2	2,94	3,00	2,72	2,08	2,04	2,08
5h	5	387	415	406	349	359	358	5h	5	3,39	3,40	3,10	1,86	1,76	1,78
10h	10	364	377	372	330	336	334	10h	10	3,46	3,30	3,13	1,29	1,28	1,19
22 h	22	333	347	343	318	331	325	22 h	22	3,49	3,40	3,30	0,65	0,90	0,61
24 h	24	333	349	343	316	331	323	24 h	24	3,75	3,53	3,30	0,58	0,83	0,56
28 h	28	312	322	315	305	306	302	28 h	28	3,80	3,55	3,35	0,50	0,74	0,46

Mesure:		Phosphore (mgP/L)						Mesure:		Dureté					
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	76,07			76,07			0 min	0	22,0	0,0		22,0	0,0	
30 min	0,50	64,37	66,62	65,12	62,47	64,97	63,78	30 min	0,50	79,6	105,2	103,7	79,5	78,0	80,3
1h	1	59,26	62,53	60,36	58,77	60,10	59,41	1h	1	114,5	116,7	88,5	86,2	83,6	86,4
2h	2	45,41	52,65	49,69	51,20	52,40	51,70	2h	2	56,5	84,8	42,9	73,5	72,9	66,8
5h	5	34,74	40,27	38,81	38,15	38,00	37,77	5h	5	78,1	91,4	85,2	34,9	32,0	30,5
10h	10	22,93	29,31	26,86	28,26	28,46	28,65	10h	10	53,4	65,8	60,6	16,8	15,5	14,1
22 h	22	12,52	18,85	16,69	18,02	17,83	18,29	22 h	22	39,3	46,9	44,3	8,9	13,1	8,8
24 h	24	11,51	17,05	15,61	16,69	16,09	17,00	24 h	24	39,5	45,2	43,5	8,7	12,8	8,1
28 h	28	9,68	15,35	13,60	13,31	12,49	13,88	28 h	28	39,3	43,0	41,2	8,2	12,0	7,8

Mesure:		Al (mg/L)					
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0						
30 min	0,50	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
1h	1	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
2h	2	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
5h	5	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
10h	10	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,09	0,11	0,11
22 h	22	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,18	0,17	0,22
24 h	24	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,23	0,22	0,22
28 h	28	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,31	0,23	0,37

Annexe 3.2b: Résultats des essais en cuvée à températures différentes: 22°C

Date: 07-05-02

Solution source de Phosphore: KH₂PO₄ Vol=700 mL

Scories: diamètre: 0,63-1,25 mm

Quantité par batch: 35 g

Rotation: 175 rpm

Température: 22°C

Mesure:			pH					Mesure:		Ca		(mg/L)				
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3	
0 min	0	5,17	5,17	5,17	5,17	5,17	5,17	0 min	0	0,3			0,3			
20 min	0,33	6,95	7,00	6,97	7,34	7,43	7,39	20 min	0,33	25,2	26	25	21,5	22,5	21,5	
40 min	0,67	7,22	7,27	7,22	7,84	7,91	7,89	40 min	0,67	28,1	30,5	29,7	19,4	20,1	20	
1 h	1	7,44	7,48	7,40	8,27	8,27	8,28	1 h	1	29,3	30,7	30,9	13,3	13,3	14,1	
2 h	2	7,74	7,81	7,74	9,1	9,1	9,14	2 h	2	28,2	26,9		4,08	4,17	4,46	
4 h	4	8,14	8,16	8,10	9,84	9,86	9,85	4 h	4	17,6	17,8	19,3	2,15	2,24	2,44	
6 h	6	8,03	8,10	8,12	10,12	10,12	10,14	6 h	6	13,1	13,1	14,4	1,78	1,29	1,65	
10 h	10	8,45	8,40	8,38	10,39	10,52	10,5	10 h	10	5,56	5,88	6,33	1,71	1,76	1,7	
22 h	22	9,14	9,00	9,06	11,04	11,14	11,06	22 h	22	4,44	4,96	4,45	16,2	19,5	20,7	
24 h	24	9,20	9,04	9,09	11,13	11,17	11,16	24 h	24	4,2	4,85	4,34	18,6	21,3	18,8	
28 h	28	9,37	9,05	9,29	11,19	11,23	11,25	28 h	28	3,23	4,7	3,15	21,6	16,8	17,4	
Mesure:		Conductivité			(µS/cm)			Mesure:		Mg		(mg/L)				
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3	
0 min	0	274	274		274	274		0 min	0	0,07			0,07			
20 min	0,33	385	392	388	365	378	374	20 min	0,33	1,14	1,1	1,1	0,387	0,397	0,375	
40 min	0,67	397	410	397	365	370	373	40 min	0,67	1,47	1,52	1,5	0,408	0,4	0,401	
1 h	1	402	405	403	347	353	355	1 h	1	1,82	1,82	1,81	0,364	0,374	0,375	
2 h	2	396	402	402	304	317	317	2 h	2	2,23	2,2		0,23	0,219	0,23	
4 h	4	373	370	374	308	308	314	4 h	4	2,29	2,19	2,39	0,112	0,117	0,116	
6 h	6	343	351	360	312	324	326	6 h	6	2,16	2,15	2,32	0,105	0,095	0,095	
10 h	10	319	320	326	333	351	348	10 h	10	1,73	1,9	2,03	0,117	0,111	0,11	
22 h	22	301	305	303	480	515	492	22 h	22	1,79	2,09	1,94	0,218	0,226	0,207	
24 h	24	298	305	304	495	524	522	24 h	24	1,78	2,1	1,94	0,225	0,221	0,21	
28 h	28	298	312	300	544	558	563	28 h	28	1,77	2,5	1,94	0,266	0,23	0,239	
Mesure:		Phosphore			(mg/L)			Mesure:		Dureté						
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3	
0 min	0	75,06	75,06	75,06	75,06	75,06	75,06	0 min	0	1,0			1,0			
20 min	0,33	64,53	65,65	64,98	56,20	52,52	54,37	20 min	0,33	67,7	69,5	67,0	55,3	57,9	55,3	
40 min	0,67	59,68	60,17	60,49	47,22		46,46	40 min	0,67	76,3	82,5	80,4	50,2	51,9	51,6	
1 h	1	56,52	55,55	56,86	40,20	39,81	40,57	1 h	1	80,7	84,2	84,7	34,7	34,8	36,8	
2 h	2	48,64	47,31	49,74	28,74	28,80	28,63	2 h	2	74,6	76,3	0,0	11,1	11,3	12,1	
4 h	4	38,26	37,47	40,13	20,92	20,04	20,43	4 h	4	53,4	53,5	58,0	5,8	6,1	6,6	
6 h	6	33,35	32,59	34,07	15,21	14,90	15,21	6 h	6	41,6	41,6	45,5	4,9	3,6	4,5	
10 h	10	24,00	22,84	24,95	4,97	3,87	4,78	10 h	10	21,0	22,5	24,1	4,8	4,9	4,7	
22 h	22	16,91	15,32	16,82	0,147	0,099	0,098	22 h	22	18,4	21,0	19,1	41,4	49,7	52,6	
24 h	24	15,95	13,78	16,35	0,124	0,057	0,089	24 h	24	17,8	20,7	18,8	47,4	54,2	47,9	
28 h	28	13,84	13,88	16,71	0,101	0,057	0,068	28 h	28	15,3	22,0	15,8	55,1	42,9	44,5	

Date: 07-05-02

Solution source de Phosphore:

KH₂PO₄

Vol=700 mL

Scories:

diamètre:

0,63-1,25 mm

Quantité par batch:

35 g

Rotation:

175 rpm

Température:

22°C

Mesure: Fer (mg/L)								Mesure: Na (mg/L)							
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0			0 min	0	2,18			2,18		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0	20 min	0,33	2,83	2,75	2,7	2,52	2,51	2,55
10 h	10	0	0	0	0	0	0	10 h	10	3,11	2,76	2,75	2,72	2,63	2,64
28 h	28	0	0	0	0	0	0	28 h	28	2,85	2,82	2,87	2,8	2,78	2,8
Mesure: Mn (mg/L)								Mesure: K (mg/L)							
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0			0 min	0	100			100		
20 min	0,33	0,045	0,039	0,049	0	0	0	20 min	0,33	87,9	89	87	93,3	89,4	90
40 min	0,67	0,044	0,045	0,031	0	0	0	10 h	10	76,1	79,5	81,7	81,6	87	87,5
1 h	1	0,054	0,041	0,034	0	0	0	28 h	28	77,1	78,2	77,3	88,9	88,2	87,4
2 h	2	0,034	0,026		0	0	0	Mesure: Cu (mg/L)							
4 h	4	0,018	0,015	0,014	0	0	0	Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
6 h	6	0,009	0,009	0,009	0	0	0			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
10 h	10	0	0	0	0	0	0	0 min	0	0			0		
22 h	22	0	0	0	0	0	0	20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
24 h	24	0	0	0	0	0	0	10 h	10	0	0	0	0	0	0
28 h	28	0	0	0	0	0	0	28 h	28	0	0	0	0	0	0
Mesure: Al (mg/L)								Mesure: Pb (mg/L)							
Temps		Dofasco			Ispat Sidbec			Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
		Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	0			0			0 min	0	0			0		
20 min	0,33	0	0	0	0	0	0	20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
40 min	0,67	0	0	0	0	0	0	10 h	10	0	0	0	0	0	0
1 h	1	0	0	0	0	0	0	28 h	28	0	0	0	0	0	0
2 h	2	0	0	0	0	0	0	Mesure: Zn (mg/L)							
4 h	4	0	0	0	0,22	0,15	0,15	Temps		Dofasco			Ispat Sidbec		
6 h	6	0	0	0	0,41	0,37	0,35			Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 1	Batch 2	Batch 3
10 h	10	0	0	0	2,28	2,29	2,16	0 min	0	0,032	0		0,032	0	
22 h	22	0	0	0	1,34	1,13	1,07	20 min	0,33	0	0	0	0	0	0
24 h	24	0	0	0	1,19	1,02	1,17	10 h	10	0	0	0	0	0	0
28 h	28	0	0	0	1,31	1,18	1,18	28 h	28	0	0	0	0	0	0

Annexe 3.2c: Résultats des essais en cuvette à températures différentes: 40°C

Date: 8-1-03

Solution source de Phosphore:

Vol=700 mL

Scories: diamètre: 0,63-1,25 mm

Quantité : 35 g

Rotation: 175 rpm

Température: 40C

Mesure: pH						Mesure: Ca (mg/L)					
Temps		Dofasco				Temps		Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	5,93	5,93	5,93	5,93	0 min	0	3,97	3,97		
30 min	0,50	7,45	7,39	7,41	7,50	30 min	0,50	28,20	20,50	21,30	21,70
1 h	1,00	7,76	7,82	7,80	7,82	1 h	1,00	22,50	12,70	14,20	13,50
2 h	2	7,91	8,30	8,02	8,13	2 h	2	12,60	5,50	4,25	5,70
4 h	4	8,48	8,99	8,95	9,11	4 h	4	6,80	2,87	2,90	2,61
6 h	6	8,69	9,25	9,38	9,40	6 h	6	5,05	2,28	2,15	1,91
8 h	8	8,87	9,65	9,66	9,68	8 h	8	4,84	1,80	1,71	0,70
20 h	20	9,38	10,44	10,44	10,45	20 h	20	6,36	2,02	1,52	1,85
23h30	23,5	9,56	10,69	10,61	10,68	23h30	23,5	7,08	5,91	3,66	5,27

Mesure: Conductivité (µS/cm)						Mesure: Mg (mg/L)					
Temps		Dofasco				Temps		Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	338	338			0 min	0	1,08	1,08		
30 min	0,50	441	432	438	440	30 min	0,50	2,33	1,53	1,64	1,53
1 h	1,00	437	402	414	413	1 h	1,00	2,48	1,35	1,29	1,27
2 h	2	393	372	381	382	2 h	2	2,14	0,84	0,90	0,87
4 h	4	362	361	369	366	4 h	4	1,71	0,50	0,51	0,52
6 h	6	354	357	366	364	6 h	6	1,47	0,35	0,39	0,38
8 h	8	349	359	365	362	8 h	8	1,45	0,23	0,32	0,29
20 h	20	354	391	398	403	20 h	20	1,74	0,19	0,23	0,19
23h30	23,5	354	442	433	447	23h30	23,5	1,83	0,29	0,32	0,24

Mesure: Phosphore (mg/L)						Mesure: Dureté					
Temps		Dofasco				Temps		Ispat Sidbec			
		Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3			Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	78,49	78,49			0 min	0	14,35	14,35	0,00	
30 min	0,50	51,7639	54,10	55,82	55,36	30 min	0,50	80,05	57,52	59,97	60,52
1 h	1,00	37,3932	43,54	46,19	44,65	1 h	1,00	66,41	37,28	40,79	38,95
2 h	2	23,9785	35,85	36,66	35,73	2 h	2	40,27	17,19	14,31	17,82
4 h	4	13,552	29,23	29,77	28,83	4 h	4	24,01	9,22	9,34	8,66
6 h	6	9,9969	25,08	26,13	24,84	6 h	6	18,65	7,13	6,97	6,33
8 h	8	7,47112	20,85	22,49	20,45	8 h	8	18,04	5,44	5,59	2,94
20 h	20	2,33026	2,82	4,42	2,76	20 h	20	23,03	5,83	4,74	5,40
23h30	23,5	1,65816	0,36	0,81	0,37	23h30	23,5	25,20	15,96	10,46	14,16

Mesure: Al (mg/L)					
Temps		Dofasco			
		Batch 1	Batch 1	Batch 2	Batch 3
0 min	0	< 0,05	< 0,05		
30 min	0,50	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
1 h	1,00	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
2 h	2	< 0,05	0,09	< 0,05	< 0,05
4 h	4	0,11	0,30	0,25	0,28
6 h	6	0,14	0,65	0,66	0,67
8 h	8	0,11	1,24	1,17	0,54
20 h	20	0,11	3,24	3,37	3,48
23h30	23,5	0,17	3,33	3,74	3,62

Annexe 3.2d: Résultats des essais en cuvée à températures différentes: 22°C, nouveau lot

Date: 8-1-03
Solution source de Phosphore: KH₂PO₄ Vol=700 mL
Scories: diamètre: 0.63-1.25
 Quantité par batch: 35 g
Rotation: 175 rpm
Température: 22 C

Mesure:

Temps		pH	Cond	P	Ca	Mg	Al
			(μS/cm)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
0 min	0	4,89	230	79,97	0,24	0,04	0
30 min	0,50	7,4	355	58,86	25,63	0,89	0
1h	1	7,73	355	53,61	23,60	0,98	0
2h	2	7,85	322	43,50	13,26	1,01	0
5h	5	7,68	286	32,05	5,10	0,70	0
8 h	8	8,88	280	27,32	2,48	0,52	0
20 h	20	9,66	284	10,76	2,79	0,35	0
22 h	22	8,12	266	8,61	2,92	0,36	0
24 h	24	9,84	292	5,95	2,46	0,34	0

Annexe 3.3: Résultats des essais en cuvette à granulométries différentes

Date: 8-1-03
 Solution source de Phosphore: KH_2PO_4 Vol=700 mL
 Scores: diamètre: variable
 Quantité par batch: 35 g
 Rotation: 175 rpm
 Température: 22 C

Mesure:		pH										Ca (mg/L)									
		Dofasco					Ispat Sidbec					Dofasco					Ispat Sidbec				
		1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	2.5-5	0.63-1.25	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	2.5-5	0.63-1.25	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5
Temps																					
Temps		Mesure:										Temps									
		0 min	30 min	1h	2h	5h	8 h	20 h	22 h	24 h	0 min	30 min	1h	2h	5h	8 h	20 h	22 h	24 h	0 min	30 min
0		4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89	4.89
30 min	0.50	6.73	6.94	6.7	6.75	7.4	6.9	6.95	6.76	6.76	30 min	0.50	26.2	26.2	19.9	18.6	25.63	25.29	25.14	21.66	21.30
1h	1	6.92	7.08	6.91	6.83	7.73	7.19	7.16	6.94	7.02	1h	1	30.1	30.9	23.8	24.0	23.60	32.34	32.62	17.18	29.26
2h	2	7.09	7.16	6.96	6.96	7.85	7.43	7.18	7.27	7.28	2h	2	34.0	34.1	28.4	28.7	13.28	36.29	12.17	34.46	35.20
5h	5	7.32	7.39	7.2	7.21	7.68	7.63	7.61	7.51	7.55	5h	5	37.5	37.6	33.9	34.3	5.10	28.02	14.99	33.38	32.57
8 h	8	7.46	7.51	7.41	7.38	8.88	7.6	7.66	7.64	7.64	8 h	8	38.3	36.4	36.6	35.5	2.48	21.82	22.14	27.82	30.69
20 h	20	7.65	7.7	7.66	7.68	9.66	8.24	8.15	7.96	7.92	20 h	20	22.7	21.1	28.3	28.6	2.79	6.82	7.04	12.49	12.74
22 h	22	7.67	7.73	7.61	7.72	8.12	8.42	8.29	8.05	7.65	22 h	22	20.6	19.4	25.6	26.1	2.92	4.50	5.76	10.53	10.66
24 h	24	7.73	7.75	7.75	7.61	9.84	8.62	8.56	8.05	8.03	24 h	24	19.7	18.0	23.9	24.0	2.46	4.92	4.88	9.49	9.38

Mesure:		Conductivité (µS/cm)										Mg (mg/L)									
		Dofasco					Ispat Sidbec					Dofasco					Ispat Sidbec				
		1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	2.5-5	0.63-1.25	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	2.5-5	0.63-1.25	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5
Temps																					
Temps		Mesure:										Temps									
		0 min	30 min	1h	2h	5h	8 h	20 h	22 h	24 h	0 min	30 min	1h	2h	5h	8 h	20 h	22 h	24 h	0 min	30 min
0		230	230	230	230	230	230	230	230	230	0 min	0	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
30 min	0.50	330	342	316	319	355	359	349	354	343	30 min	0.50	1.80	1.82	1.28	1.35	0.89	0.91	0.70	0.85	0.58
1h	1	351	354	340	348	355	375	375	357	371	1h	1	2.23	2.24	1.70	1.75	0.98	1.02	1.03	0.89	0.83
2h	2	373	369	356	364	322	390	337	393	403	2h	2	2.78	2.80	2.18	2.31	1.01	1.33	1.28	1.22	1.60
5h	5	393	386	382	388	286	369	372	391	400	5h	5	3.83	3.84	3.27	3.45	0.70	1.60	1.60	1.59	1.57
8 h	8	398	389	394	402	280	351	351	374	384	8 h	8	4.52	4.45	4.13	4.33	0.52	1.73	1.79	1.68	1.19
20 h	20	385	348	383	390	284	301	301	328	335	20 h	20	5.55	5.39	5.30	5.58	0.35	1.26	1.39	1.66	1.62
22 h	22	348	346	376	383	266	293	301	323	329	22 h	22	5.59	5.48	5.48	5.67	0.36	1.12	1.28	1.56	1.52
24 h	24	357	353	381	384	292	301	304	326	327	24 h	24	5.98	5.62	5.66	5.79	0.34	1.03	1.15	1.54	1.49

Mesure:		Phosphore (mgP/L)										Al (mg/L)									
		Dofasco					Ispat Sidbec					Dofasco					Ispat Sidbec				
		1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	2.5-5	0.63-1.25	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5	2.5-5	0.63-1.25	1.25-2.5	1.25-2.5	2.5-5	2.5-5
Temps																					
Temps		Mesure:										Temps									
		0 min	30 min	1h	2h	5h	8 h	20 h	22 h	24 h	0 min	30 min	1h	2h	5h	8 h	20 h	22 h	24 h	0 min	30 min
0		79.97	79.97	79.97	79.97	79.97	79.97	79.97	79.97	79.97	0 min	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
30 min	0.50	74.31	77.72	76.48	75.41	58.86	75.55	75.78	76.91	76.77	30 min	0.50	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1h	1	73.27	77.04	75.44	77.40	53.61	73.74	75.90	74.20	75.75	1h	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2h	2	72.86	74.38	75.50	75.15	43.50	71.71	61.04	75.43	75.15	2h	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5h	5	70.07	72.49	75.73	73.23	32.05	60.28	62.12	68.93	67.23	5h	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0
8 h	8	67.63	68.41	73.43	71.36	27.32	51.91	64.18	61.48	60.08	8 h	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0
20 h	20	49.16	49.05	60.30	61.28	10.76	34.19	35.75	42.71	42.90	20 h	20	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22 h	22	46.31	47.19	56.98	57.02	8.61	31.55	33.12	40.27	40.15	22 h	22	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24 h	24	45.11	45.45	55.37	55.69	5.95	30.82	31.05	39.01	38.67	24 h	24	0	0	0	0	0	0	0	0	0

ANNEXE 4: RÉSULTATS DES ESSAIS EN COLONNE

Annexe 4.1a: Montage des colonnes – Alimentation à 200 mg P/L

Condition 1: alimentation à 200 mgP/L							
Colonne 1 - scories IS				Colonne 2 - scories D			
Hauteur	Diff.Haut.	Masse ajoutée	Volume	Hauteur	Diff.Haut.	Masse ajoutée	Volume
cm	cm	g	cm3	cm	cm	g	cm3
32.0				31.7			
30.0	2.0	318.7	157.1	28.4	3.3	298.3	259.2
28.7	1.3	196.1	102.1	24.8	3.6	251.0	282.7
26.7	2.0	321.3	157.1	21.6	3.2	266.9	251.3
23.6	3.1	411.6	243.5	18.0	3.6	288.1	282.7
22.2	1.4	224.3	110.0	14.5	3.5	275.9	274.9
19.5	2.7	416.8	212.1	10.6	3.9	302.4	306.3
17.5	2.0	328.9	157.1	6.9	3.7	292.5	290.6
15.0	2.5	336.9	196.4	2.8	4.1	317.3	322.0
12.6	2.4	355.6	188.5	0.7	2.1	139.5	164.9
10.5	2.1	326.6	164.9				
7.9	2.6	367.9	204.2				
5.5	2.4	341.9	188.5				
2.0	3.5	507.3	274.9				
0.7	1.3	164.5	102.1				
Total	31.3	4618.4	2458.3	Total	31.0	2431.9	2434.7
Colonne + sol		8793	g	Colonne + sol		6555	g
Colonne + sol +eau		10052	g	Colonne + sol +eau		7802	g
Colonne		4164	g	Colonne		4117	g
Colonne + eau		6814	g	Colonne + eau		6740	g
Masse sol		4629	g	Masse sol		2438	g
Masse eau		1259	g	Masse eau		1247	g

Annexe 4.1b: Montage des colonnes – Alimentation à concentration variable en P

Condition 2: alimentation à concentration variable en P							
Colonne 3 - scories IS				Colonne 4 - Scories D			
Hauteur	Diff.Haut.	Masse ajoutée	Volume	Hauteur	Diff.Haut.	Masse ajoutée	Volume
cm	cm	g	cm3	cm	cm	g	cm3
32.0				31.7			
28.9	3.1	454.5	243.5	28.0	3.7	323.9	290.6
26.5	2.4	431.9	188.5	25.0	3.0	248.9	235.6
22.7	3.8	492.6	298.5	21.7	3.3	258.6	259.2
19.3	3.4	532.4	267.0	18.0	3.7	297.9	290.6
16.7	2.6	366.4	204.2	14.7	3.3	280.5	259.2
14.9	1.8	460.9	141.4	10.8	3.9	301.2	306.3
11.3	3.6	341.5	282.7	7.5	3.3	254.7	259.2
8.5	2.8	442.9	219.9	3.8	3.7	277.4	290.6
6.3	2.2	336.6	172.8	0.7	3.1	228.6	243.5
3.7	2.6	390.9	204.2				
0.7	3.0	376.2	235.6				
Total	31.3	4626.8	2458.3	Total	31.0	2471.7	2434.7
Colonne + sol		8761	g	Colonne + sol		6650.0	g
Colonne + sol +eau		10097	g	Colonne + sol +eau		7922.0	g
Colonne		4130	g	Colonne		4171.0	g
Colonne + eau		6818	g	Colonne + eau		6816.0	g
Masse sol		4631.0	g	Masse sol		2479.0	g
Masse eau		1336.0	g	Masse eau		1272.0	g

Annexe 4.2: Suivi expérimental des colonnes: pH et conductivité

Date	Jour	Expérience 1						Expérience 2							
		Cp = 200 mg/L						TRHv = 24 h, Cp variable							
		Entrée (Bidon 1)		Colonne 1		Colonne 2		Entrée (Bidon 2)		Colonne 3		Entrée (Bidon 3)		Colonne 4	
		pH	Conductivité (μS/cm)	pH	Conductivité (μS/cm)	pH	Conductivité (μS/cm)	pH	Conductivité (μS/cm)	pH	Conductivité (μS/cm)	pH	Conductivité (μS/cm)	pH	Conductivité (μS/cm)
20-11-01	0	5,61	686	10,86	578	8,03	762	6,31	92	10,91	363	6,31	92	10,36	140
22-11-01	2	5,21	596	11,04	902	7,65	837	6,00	79	10,84	372	6,00	79	9,88	119
25-11-01	5	4,98	620	10,92	941	7,37	826	5,69	78	10,80	426	5,69	78	9,77	124
27-11-01	7	4,98	620	10,75	839	7,38	795	5,69	78	10,78	400	5,69	78	10,32	169
29-11-01	9	5,03	600	9,94	730	7,22	775	5,92	76	10,89	411	5,92	76	9,88	120
01-12-01	11	5,03	600	9,41	593	7,13	615	5,92	76	10,79	273	5,92	76	9,90	116
03-12-01	13	5,03	600	9,27	575	6,98	611	5,92	76	10,89	324	5,92	76	9,84	100
05-12-01	15	5,16	632	9,17	755	6,91	792	6,19	89	10,86	435	6,19	89	9,96	130
07-12-01	17	5,16	632	9,11	794	6,89	809	5,37	149	10,92	458	5,37	149	10,04	136
10-12-01	20	5,16	632	8,78	584	6,88	591	5,37	149	11,40	338	5,37	149	10,16	150
12-12-01	22	5,13	591	8,88	731	6,80	746	5,57	145	10,95	449	5,57	145	9,68	190
15-12-01	25	5,13	591	8,49	709	6,76	690	5,57	145	11,12	454	5,57	145	9,22	188
18-12-01	28	5,13	591	8,57	727	6,78	749	5,57	145	11,08	479	5,57	145	8,85	207
21-12-01	31	5,23	630	7,89	942	6,69	930	5,73	163	11,08	259	5,73	163	8,85	250
28-12-01	38	5,23	630	8,23	874	6,67	878	5,73	163	11,32	641	5,73	163	8,43	268
3-01-02	44	5,48	574	8,27	694	6,66	679	5,85	138	11,15	471	5,85	138	8,28	210
6-01-02	47	5,48	574	8,11	711	6,56	696	5,85	138	11,12	477	5,85	138	8,14	210
8-01-02	49	5,48	574	8,05	722	6,51	705	5,85	138	11,19	507	5,85	138	8,15	216
10-01-02	51	5,48	574	7,96	782	6,52	753	5,85	138	11,05	477	5,85	138	8,12	230
14-01-02	55	5,48	574	7,76	861	6,61	810	5,85	138	10,56	354	5,85	138	7,66	250
17-01-02	58	5,05	574	7,93	680	6,61	680	5,55	257	11,02	448	5,95	149	8,14	218
21-01-02	62	5,05	574	7,69	905	6,63	858	5,55	257	10,79	713	6,08	243	7,98	282
24-01-02	65	5,05	574	7,49	718	6,55	684	5,55	257	11,21	592	6,08	243	8,09	217
28-01-02	69	5,05	574	7,22	699	6,51	674	5,55	257	11,19	590	7,08	243	8,07	216
31-01-02	72	5,05	574	6,92	691	6,34	669	5,55	257	10,72	550	5,83	153	7,82	203
3-02-02	75	5,05	574	7,00	660	6,48	654	5,55	257	11,20	588	5,83	153	8,33	198
6-02-02	78	5,05	574	6,88	701	6,43	666	5,55	257	11,09	547	5,83	153	7,91	202
8-02-02	80	5,05	574	6,88	702	6,50	681	5,55	257	11,02	508	5,83	153	8,11	200
11-02-02	83	5,05	574	6,83	698	6,46	685	5,55	257	11,16	578	5,83	153	8,22	201
15-02-02	87	5,26	590	6,75	678	6,44	672	5,24	387	11,04	590	5,80	147	8,12	200
17-02-02	89	5,26	590	6,64	648	6,43	663	5,24	387	11,23	738	5,80	147	7,95	210
20-02-02	92	5,26	590	6,70	679	6,44	678	5,24	387	11,19	668	5,80	147	7,91	204
24-02-02	96	5,26	590	6,62	689	6,48	688	5,24	387	11,29	762	5,80	147	8,10	211
27-02-02	99	5,26	590	6,62	694	6,45	709	5,24	387	11,22	754	5,77	146	7,98	212
02-03-02	102	5,26	590	6,63	676	6,47	676	5,24	387	11,30	743	5,77	146	8,13	205
05-03-02	105	5,27	630	6,56	698	6,38	686	5,25	407	11,20	717	5,53	154	7,85	215
08-03-02	108	5,27	630	6,57	641	6,42	643	5,25	407	11,14	636	5,53	154	7,81	207
11-03-02	111	5,10	505	6,57	377	6,42	642	5,25	589	11,14	585	5,53	636	7,81	205
14-03-02	114	5,27	528	6,56	607	6,42	604	5,25	589	11,21	665	5,53	636	7,82	213
18-03-02	118	5,27	528	6,53	580	6,42	576	5,25	589	11,27	612	5,53	636	7,87	204
23-03-02	123	5,27	528	6,63	517	6,53	519	5,25	589	11,00	466	5,53	636	7,35	187
28-03-02	128	5,27	528	6,59	588	6,45	576	5,25	589	10,61	471	5,53	636	7,80	210
02-04-02	133	5,27	528	6,48	587	6,40	581	5,25	589	10,19	446	5,53	636	7,68	202
05-04-02	136	5,27	528	6,45	602	6,37	589	5,25	589	9,97	437	5,61	125	7,69	203
09-04-02	140	4,82	577	6,50	610	6,40	606	5,25	589	9,72	436	5,61	125	7,69	202
12-04-02	143	4,82	577	6,40	648	6,34	631	5,03	378	9,59	436	5,61	125	7,63	204
17-04-02	148	4,82	577	6,35	638	6,35	651	5,03	378	9,25	452	5,55	143	7,68	203
22-04-02	153	4,82	577	6,42	704	6,38	706	5,03	378	9,12	462	5,55	143	7,68	208
26-04-02	157	4,82	577	6,49	735	6,40	739	5,03	378	8,24	493	5,55	143	7,55	222

Suivi expérimental des colonnes: pH et conductivité (suite)

Date	Jour	Expérience 1						Expérience 2							
		Cp = 200 mg/L						TRHv = 24 h, Cp variable							
		Entrée (Bidon 1)		Colonne 1		Colonne 2		Entrée (Bidon 2)		Colonne 3		Entrée (Bidon 3)		Colonne 4	
		pH	Conductivité	pH	Conductivité	pH	Conductivité	pH	Conductivité	pH	Conductivité	pH	Conductivité	pH	Conductivité
01-05-02	162	4,82	577	6,45	739	6,36	735	5,03	378	8,98	492	5,56	147	7,55	216
06-05-02	167	4,82	577	6,33	720	6,27	809	5,03	378	8,84	519	5,56	147	7,45	233
10-05-02	171	4,82	577	6,33	742	6,29	726	5,03	378	8,85	500	4,96	628	7,50	222
16-05-02	177	4,82	577	6,41	725	6,29	723	5,01	383	8,97	506	5,27	145	7,49	224
21-5-02	182	4,82	577	6,32	718	6,30	727	5,01	383	8,93	480	5,27	145	7,43	219
28-5-02	189	4,82	577	6,24	796	6,22	797	5,01	383	8,42	520	5,27	145	7,33	237
3-6-02	195	5,00	657	6,43	723	6,50	792	4,85	397	8,33	487	5,27	152	7,15	224
6-2-06	198	5,00	657	6,22	717	6,25	716	4,85	397	8,74	482	5,27	152	7,32	220
12-6-02	204	5,00	657	6,50	723	6,46	737	4,85	397	8,92	474	5,27	152	7,43	225
17-6-02	209	5,00	657	6,36	728	6,33	723	4,85	397	8,74	469	5,27	152	7,31	221
21-6-02	213	5,00	657	6,42	726	6,44	737	4,85	397	8,29	464	5,27	152	7,30	216
25-6-02	217	4,97	646	6,44	739	6,42	753	5,10	399	8,98	483	5,56	152	7,43	225
2-6-28	220	4,97	646	6,39	748	6,43	766	5,10	399	8,73	485	5,56	152	7,36	226
2-7-02	224	4,97	646	6,34	780	6,43	798	5,10	399	8,77	504	5,56	152	7,34	239
05-07-02	227	4,97	646	6,37	751	6,49	765	5,10	399	8,92	470	5,56	152	6,98	283
8-7-02	230	4,97	646	6,45	635	6,65	692	5,10	399	9,02	331	5,56	152	7,16	218
11-7-02	233	5,11	610	6,46	689	6,49	712	5,55	380	9,37	453	5,99	162	7,30	225
16-7-02	238	5,11	610	6,34	734	6,36	737	5,55	380	8,48	477	5,99	162	7,16	232
22-7-02	244	5,15	670	6,38	764	6,39	776	5,48	402	8,50	485	5,99	172	7,21	235
29-7-02	251	5,15	670	6,28	745	6,23	750	5,48	402	8,04	475	5,99	172	7,01	227
2-8-02	255	5,15	670	6,34	737	6,39	755	5,48	402	8,38	471	5,99	172	7,19	228
16-8-02	269	5,04	658	6,27	733	6,34	753	5,57	397	8,22	474	5,93	166	7,12	228
22-8-02	275	5,04	658	6,26	702	6,31	718	5,57	397	8,11	444	5,93	166	7,12	215
29-8-02	282	5,04	658	6,28	702	6,30	715	5,57	397	7,98	457	5,93	166	7,11	231
5-09-02	289	5,04	658	6,32	689	6,34	679	5,57	397	7,78	464	5,93	166	7,27	236
13-09-02	297	5,12	602	6,24	688	6,30	697	5,59	392	7,53	469	6,16	179	7,18	235
24-09-02	308	5,26	611	6,34	692	6,32	683	5,66	396	7,44	471	6,11	177	7,17	233
3-10-02	317	5,26	611	6,15	658	6,15	657	5,66	396	7,02	435	6,11	177	6,79	209
9-10-02	323	5,26	611	6,19	650	6,19	639	5,66	396	7,09	434	6,11	177	6,83	213
24-10-02	324	5,26	611	6,69	636	6,70	720	5,66	396	6,93	433	6,11	177	6,84	205
7-11-02	338	5,26	611	6,18	653	6,16	654	5,66	396	6,82	457	6,11	177	6,84	222
12-11-02	343	5,26	611	6,22	662	6,18	666	5,66	396	6,75	454	6,11	177	6,79	214
21-11-02	352	5,26	611	6,20	685	6,22	693	5,66	396	6,74	467	6,11	177	6,82	227
29-11-02	360	5,40	593	6,33	677	6,33	675	5,55	380	6,78	458	5,95	160	6,95	227
03-12-02	364	5,40	593	6,34	672	6,42	698	5,55	380	6,84	462	5,95	160	7,05	234
04-12-02	365	5,71	325	6,47	452	6,52	483	5,52	383	6,82	454	6,05	158	7,02	227
11-12-02	372	5,71	325	6,58	389	6,54	395	5,52	383	6,73	465	6,05	158	7,10	217
20-12-02	381	5,71	325	6,59	390	6,56	390	5,52	383	6,73	465	6,05	158	7,10	217
28-12-02	389	5,71	325	6,59	395	6,53	390	5,52	383	6,75	448	6,05	158	7,07	223
8-1-03	400	5,71	325	6,42	444	6,35	449	5,52	383	6,58	493	6,05	158	6,78	242
15-1-03	407	5,71	325	6,48	429	6,43	435	5,52	383	6,63	491	6,05	158	6,86	236
23-1-03	415	5,71	325	6,48	438	6,43	441	5,52	383	6,59	507	6,05	158	6,84	242
31-1-03	423	5,71	325	6,54	452	6,44	444	5,52	383	6,59	471	6,05	158	6,76	212
3-2-14	434	5,38	287	6,44	374	6,30	355	4,88	336	6,55	412	5,42	138	6,78	189
3-2-25	445	5,38	287	6,39	349	6,33	332	4,88	336	6,53	410	5,42	138	6,72	175
3-3-07	455	5,38	287	6,62	366	6,40	355	4,88	336	6,63	401	5,42	138	6,90	187
3-3-12	460	5,38	287	6,46	359	6,29	346	4,88	336	6,53	411	5,42	138	6,77	183
3-3-27	475	5,38	287	6,50	359	6,42	355	4,88	336	6,50	425	5,42	138	6,80	185

Annexe 4.3a: Suivi expérimental des colonnes: essai à concentration constante 200 mpP/L

Date	Jour	Fonctionnement de la pompe (min/h)	Entrée	Colonne 1					Colonne 2				
				Scories Ispat Sidbec (Vv = 1.26 L)					Scories Dafasco (Vv = 1.25 L)				
			C _{orthoP} (mg/L)	Vitesse (cm/min)	Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{orthoP} (mg/L)	Rendement (%)	Vitesse (cm/min)	Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{orthoP} (mg/L)	Rendement (%)
20-11-01	0	7	194	0,22	1,47	20,6	0,3	99,9	0,22	1,47	20,4	102,0	47,4
22-11-01	2	7	196	0,28	1,85	16,3	0,5	99,8	0,29	1,89	15,9	131,0	33,2
25-11-01	5	7	189	0,28	1,84	16,4	14,9	92,1	0,28	1,86	16,1	141,0	25,4
27-11-01	7	7	196	0,27	1,81	16,7	35,9	81,7	0,28	1,86	16,1	142,0	27,6
29-11-01	9	7	196	0,28	1,88	16,1	70,8	63,9	0,29	1,92	15,6	150,0	23,5
01-12-01	11	7	196	0,28	1,86	16,3	83,1	57,6	0,29	1,92	15,6	158,0	19,4
03-12-01	13	7	196	0,28	1,86	16,3	89,3	54,4	0,29	1,92	15,6	157,0	19,9
05-12-01	15	7	197	0,28	1,88	16,1	90,3	54,2	0,28	1,88	16,0	166,0	15,7
07-12-01	17	7	196	0,28	1,86	16,3	92,2	53,0	0,29	1,90	15,8	167,0	14,8
10-12-01	20	7	196	0,28	1,86	16,3	94,9	51,6	0,29	1,92	15,6	168,0	14,3
12-12-01	22	7	192	0,28	1,86	16,3	95,2	50,4	0,29	1,93	15,5	173,0	9,9
15-12-01	25	7	192	0,28	1,86	16,3	102,8	46,5	0,29	1,93	15,5	172,0	10,4
18-12-01	28	7	192	0,28	1,86	16,3	99,9	48,0	0,29	1,93	15,5	175,0	8,9
21-12-01	31	7	192	0,28	1,86	16,3	108,0	43,8	0,29	1,93	15,5	172,0	10,4
28-12-01	38	7	195	0,28	1,86	16,3	104,0	46,7	0,29	1,93	15,5	195,0	0,0
3-01-02	44	7	197	0,28	1,86	16,3	105,0	46,7	0,30	1,98	15,2	190,0	3,6
6-01-02	47	7	197	0,28	1,82	16,6	107,0	45,7	0,28	1,87	16,0	187,0	5,1
8-01-02	49	7	197	0,28	1,86	16,3	104,0	47,2	0,29	1,94	15,5	173,0	12,2
10-01-02	51	7	197	0,28	1,86	16,3	107,0	45,7	0,29	1,92	15,6	187,0	5,1
14-01-02	55	7	197	0,28	1,86	16,3	110,0	44,2	0,29	1,92	15,6	188,0	4,6
17-01-02	58	7	194	0,18	1,22	24,8	98,9	49,0	0,22	1,42	21,1	169,0	12,9
21-01-02	62	7	194	0,20	1,32	22,9	117,0	39,7	0,23	1,50	20,0	183,0	5,7
24-01-02	65	7	194	0,27	1,76	17,2	119,0	38,7	0,25	1,68	17,9	180,0	7,2
28-01-02	69	7	194	0,27	1,76	17,2	132,0	32,0	0,25	1,68	17,9	183,0	5,7
31-01-02	72	7	194	0,25	1,68	18,0	130,0	33,0	0,25	1,68	17,9	182,0	6,2
3-02-02	75	7	194	0,24	1,61	18,8	133,0	31,4	0,25	1,66	18,1	181,0	6,7
6-02-02	78	7	194	0,25	1,68	18,0	139,0	28,4	0,25	1,66	18,1	184,0	5,2
8-02-02	80	7	194	0,25	1,68	18,0	144,0	25,8	0,26	1,70	17,6	181,0	6,7
11-02-02	83	7	194	0,25	1,68	18,0	146,0	24,7	0,26	1,70	17,6	181,0	6,7
15-02-02	87	7	194	0,25	1,68	18,0	148,0	23,7	0,26	1,70	17,6	184,0	5,2
17-02-02	89	7	194	0,24	1,58	19,1	160,0	17,5	0,24	1,56	19,2	180,0	7,2
20-02-02	92	7	194	0,24	1,58	19,1	159,0	18,0	0,24	1,56	19,2	187,0	3,6
24-02-02	96	7	194	0,24	1,58	19,1	166,0	14,4	0,24	1,56	19,2	183,0	5,7
27-02-02	99	7	194	0,24	1,57	19,3	168,0	13,4	0,24	1,58	19,0	183,0	5,7
02-03-02	102	7	194	0,24	1,57	19,3	168,0	13,4	0,24	1,56	19,2	184,0	5,2
05-03-02	105	7	190	0,24	1,56	19,4	174,0	8,4	0,24	1,56	19,2	184,0	3,2
08-03-02	108	7	190	0,24	1,56	19,4	153,0	19,5	0,24	1,56	19,2	184,0	3,2
11-03-02	111	7	171	0,24	1,56	19,4	151,0	11,7	0,24	1,56	19,2	166,0	2,9
14-03-02	114	7	171	0,24	1,56	19,4	153,0	10,5	0,24	1,56	19,2	164,0	4,1
18-03-02	118	7	171	0,24	1,56	19,4	156,0	8,8	0,24	1,58	19,0	168,0	1,8
23-03-02	123	7	171	0,24	1,57	19,3	157,0	8,2	0,24	1,58	19,0	165,0	3,5
28-03-02	128	7	171	0,24	1,57	19,3	158,0	7,6	0,24	1,58	19,0	163,0	4,7
02-04-02	133	7	171	0,24	1,57	19,3	158,0	7,6	0,24	1,56	19,2	158,0	7,6
05-04-02	136	7	171	0,24	1,57	19,3	162,0	5,3	0,24	1,56	19,2	165,0	3,5
09-04-02	140	7	200	0,24	1,56	19,4	166,0	17,0	0,24	1,56	19,2	173,0	13,5

Suivi expérimental des colonnes: essai à concentration constante 200 mpP/L (suite)

Date	Jour	Fonctionnement de la pompe (min/h)	Entrée C _{orthoP} (mg/L)	Colonne 1 Scories Ispat Sidbec (Vv = 1.26 L)					Colonne 2 Scories Dafasco (Vv = 1.25 L)				
				Vitesse (cm/min)	Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{orthoP} (mg/L)	Rendement (%)	Vitesse (cm/min)	Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{orthoP} (mg/L)	Rendement (%)
12-04-02	143	7	200,0	0,24	1,56	19,4	181,0	9,5	0,24	1,57	19,1	185,0	7,5
17-04-02	148	7	200,0	0,24	1,56	19,4	182,0	9,0	0,24	1,56	19,2	189,0	5,5
22-04-02	153	7	200,0	0,24	1,56	19,4	182,0	9,0	0,24	1,56	19,2	185,0	7,5
26-04-02	157	7	200,0	0,24	1,56	19,4	188,0	6,0	0,24	1,56	19,2	193,0	3,5
01-05-02	162	7	200,0	0,24	1,56	19,4	191,0	4,5	0,24	1,56	19,2	200,0	0,0
06-05-02	167	7	193,0	0,24	1,56	19,4	193,0	0,0	0,24	1,56	19,2	193,0	0,0
10-05-02	171	7	193,0	0,24	1,61	18,8	185,0	4,1	0,24	1,58	19,0	142,0	26,4
16-05-02	177	7	193,0	0,24	1,61	18,8	186,0	3,6	0,24	1,58	19,0	190,0	1,6
02-05-21	182	7	193,0	0,24	1,61	18,8	189,0	2,1	0,24	1,58	19,0	194,0	-0,5
02-05-28	189	7	193,0	0,24	1,61	18,8	195,0	-1,0	0,24	1,58	19,0	192,0	0,5
02-06-03	195	7	207,0	0,24	1,61	18,8	166,0	19,8	0,24	1,58	19,0	172,0	16,9
06-02-06	198	7	207,0	0,24	1,61	18,8	183,0	11,6	0,24	1,58	19,0	186,0	10,1
02-06-12	204	7	207,0	0,24	1,61	18,8	185,0	10,6	0,24	1,58	19,0	194,0	6,3
02-06-17	209	7	207,0	0,18	1,20	25,2	183,0	11,6	0,18	1,20	25,0	192,0	7,2
02-06-21	213	7	207,0	0,18	1,20	25,2	185,0	10,6	0,18	1,20	25,0	195,0	5,8
25-juin	217	7	200,0	0,18	1,20	25,2	189,0	5,5	0,18	1,20	25,0	194,0	3,0
28-06-02	220	7	200,0	0,18	1,20	25,2	190,0	5,0	0,18	1,20	25,0	193,0	3,5
02-07-02	224	7	200,0	0,18	1,20	25,2	187,0	6,5	0,18	1,20	25,0	193,0	3,5
05-07-02	227	7	200,0	0,18	1,20	25,2	186,0	7,0	0,18	1,20	25,0	190,0	5,0
02-07-08	230	7	200,0	0,17	1,13	26,8	176,0	12,0	0,17	1,13	26,5	177,0	11,5
02-07-11	233	7	194,0	0,20	1,30	23,3	177,0	8,8	0,19	1,26	23,8	194,0	0,0
02-07-16	238	7	194,0	0,20	1,30	23,3	192,0	1,0	0,19	1,26	23,8	192,0	1,0
02-07-22	244	7	194,0	0,19	1,28	23,6	185,0	4,6	0,19	1,26	23,8	194,0	0,0
02-07-29	251	7	194,0	0,19	1,26	24,0	186,0	4,1	0,19	1,25	24,0	194,0	0,0
02-08-02	255	7	194,0	0,21	1,39	21,8	184,0	5,2	0,21	1,37	21,9	194,0	0,0
02-08-16	269	7	198,0	0,21	1,39	21,8	198,0	0,0	0,21	1,37	21,9	198,0	0,0
02-08-22	275	7	198,0	0,21	1,38	21,9	188,0	5,1	0,20	1,33	22,6	188,0	5,1
02-08-29	282	7	198,0	0,21	1,38	21,9	191,0	3,5	0,20	1,33	22,6	193,0	2,5
5-09-02	289	7	194,0	0,21	1,38	21,9	192,0	1,0	0,20	1,33	22,6	194,0	0,0
13-09-02	297	7	194,0	0,21	1,38	21,9	193,0	0,5	0,20	1,30	23,1	193,0	0,5
24-09-02	308	7	195,0	0,21	1,38	21,9	190,0	2,6	0,20	1,30	23,1	192,0	1,5
3-10-02	317	7	195,0	0,21	1,37	22,1	188,0	3,6	0,20	1,30	23,1	194,0	0,5
9-10-02	323	7	195,0	0,21	1,37	22,1	195,0	0,0	0,20	1,30	23,1	195,0	0,0
24-10-02	324	7	195,0	0,21	1,37	22,1	139,0	28,7	0,20	1,33	22,6	168,0	13,8
7-11-02	338	7	195,0	0,21	1,38	21,9	188,0	3,6	0,20	1,33	22,6	189,0	3,1
12-11-02	343	7	195,0	0,21	1,38	21,9	184,0	5,6	0,20	1,33	22,6	185,0	5,1
21-11-02	352	7	195,0	0,21	1,38	21,9	187,0	4,1	0,20	1,35	22,2	181,0	7,2
29-11-02	360	7	189,0	0,21	1,40	21,6	182,0	3,7	0,20	1,35	22,2	181,0	4,2
03-12-02	364	7	189,0	0,21	1,40	21,6	175,0	7,4	0,20	1,33	22,6	176,0	6,9
04-12-02	365	7	89,4	0,21	1,40	21,6	110,0	-23,0	0,20	1,33	22,6	112,0	-25,3
11-12-02	372	7	89,4	0,21	1,38	21,9	90,4	-1,1	0,21	1,37	21,9	91,4	-2,2
20-12-02	381	7	89,4	0,21	1,38	21,9	88,2	1,3	0,20	1,33	22,6	88,5	1,0
28-12-02	389	7	89,4	0,21	1,38	21,9	92,1	-3,0	0,20	1,33	22,6	92,3	-3,2
03-01-08	400	7	95,0	0,21	1,39	21,8	93,0	2,1	0,20	1,33	22,6	92,8	2,3
03-01-15	407	7	95,0	0,21	1,39	21,8	90,9	4,4	0,20	1,35	22,2	91,5	3,7
03-01-23	415	7	95,0	0,21	1,38	21,9	91,6	3,5	0,20	1,35	22,2	93,6	1,5
03-01-31	423	7	95,0	0,21	1,38	21,9	91,6	3,6	0,20	1,35	22,2	93,2	1,9
14-02-03	434	7	91,1	0,21	1,38	21,9	89,9	1,3	0,20	1,33	22,6	89,3	2,0
25-02-03	445	7	91,1	0,21	1,38	21,9	91,2	-0,1	0,20	1,33	22,6	89,2	2,1
07-03-03	455	7	91,1	0,21	1,37	22,1	86,3	5,3	0,20	1,33	22,6	90,2	1,0
12-03-03	460	7	91,1	0,21	1,37	22,1	94,3	-3,5	0,20	1,33	22,6	94,5	-3,7
27-03-03	475	7	91,1	0,21	1,38	21,9	85,4	6,3	0,20	1,33	22,6	86,9	4,7

Annexe 4.3b: Suivi expérimental des colonnes: essai à concentration variable

Date	Jour	Fonctionnement de la pompe (min/h)	Entrée	Colonne 3				Entrée	Colonne 4			
			C _{ortholP} (mg/L)	Scories Ispat Sidbec (Vv = 1.34 L)				C _{ortholP} (mg/L)	Scories Dafasco (Vv = 1.27 L)			
				Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{ortholP} (mg/L)	Rendement (%)		Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{ortholP} (mg/L)	Rendement (%)
20-11-01	0	17	19,5	1,39	23,1	0,07	99,6	19,5	1,76	17,3	1,72	91,2
22-11-01	2	17	19,6	1,24	25,9	0,86	95,6	19,6	1,58	19,3	3,48	82,2
25-11-01	5	17	20,1	1,09	29,5	0,87	95,7	20,1	1,44	21,2	3,97	80,3
27-11-01	7	17	20,1	1,15	28,0	1,23	93,9	20,1	1,57	19,4	0,43	97,9
29-11-01	9	17	20,1	1,19	27,0	0,06	99,7	20,1	1,57	19,4	3,44	82,9
01-12-01	11	17	20,1	1,12	28,7	0,14	99,3	20,1	1,50	20,3	0,28	98,6
03-12-01	13	17	20,1	1,15	28,0	0,16	99,2	20,1	1,56	19,5	2,65	86,8
05-12-01	15	17	21,3	1,15	28,0	0,15	99,3	21,3	1,55	19,7	2,56	88,0
07-12-01	17	17	42,4	1,15	28,0	0,06	99,9	42,4	1,55	19,7	2,81	93,4
10-12-01	20	17	42,4	1,24	25,9	0,08	99,8	42,4	1,63	18,7	5,40	87,3
12-12-01	22	17	41,6	1,20	26,8	0,15	99,6	41,6	1,60	19,1	14,78	64,5
15-12-01	25	17	41,6	1,20	26,8	0,03	99,9	41,6	1,60	19,1	21,69	47,8
18-12-01	28	17	41,6	1,20	26,8	0,19	99,5	41,6	1,60	19,1	24,91	40,1
21-12-01	31	17	40,9	1,20	26,8	0,52	98,7	40,9	1,60	19,1	27,63	32,4
28-12-01	38	17	40,9	1,20	26,8	0,67	98,4	40,9	1,60	19,1	30,98	24,2
3-01-02	44	17	42,6	1,30	24,7	0,09	99,8	42,6	1,82	16,7	31,13	27,0
6-01-02	47	17	42,6	1,32	24,4	0,17	99,6	42,6	1,82	16,7	29,75	30,2
8-01-02	49	17	42,6	1,30	24,7	0,41	99,1	42,6	1,69	18,0	32,14	24,6
10-01-02	51	17	42,6	1,22	26,4	0,11	99,7	42,6	1,62	18,8	30,52	28,4
14-01-02	55	17	42,6	1,22	26,4	0,12	99,7	42,6	1,62	18,8	24,13	43,4
17-01-02	58	17	42,6	1,15	28,0	0,23	99,5	42,6	1,49	20,5	30,49	28,5
21-01-02	62	17	73,8	1,26	25,5	2,42	96,7	42,7	1,56	19,5	30,27	29,1
24-01-02	65	17	73,8	1,16	27,7	0,14	99,8	42,7	1,51	20,2	30,71	28,0
28-01-02	69	17	73,8	1,16	27,7	0,10	99,9	42,7	1,51	20,2	31,63	25,9
31-01-02	72	17	73,8	1,36	23,6	0,13	99,8	42,6	1,73	17,6	27,38	35,7
3-02-02	75	17	73,8	1,27	25,3	0,36	99,5	42,6	1,49	20,5	27,10	36,4
6-02-02	78	17	73,8	1,38	23,3	0,30	99,6	42,6	1,52	20,1	26,46	37,9
8-02-02	80	17	73,8	1,38	23,3	0,12	99,8	42,6	1,52	20,1	26,55	37,7
11-02-02	83	17	73,8	1,30	24,7	0,13	99,8	42,6	1,37	22,2	26,53	37,7
15-02-02	87	17	120,0	1,30	24,7	0,13	99,9	42,3	1,37	22,2	26,57	37,1
17-02-02	89	17	120,0	1,25	25,7	0,02	100,0	42,3	1,61	18,9	30,20	28,5
20-02-02	92	17	120,0	1,25	25,7	0,44	99,6	42,3	1,61	18,9	31,17	26,2
24-02-02	96	17	120,0	1,25	25,7	0,29	99,8	42,3	1,61	18,9	29,54	30,1
27-02-02	99	17	120,0	1,34	24,0	0,55	99,5	42,3	1,69	18,0	29,21	30,9
02-03-02	102	17	120,0	1,34	24,0	0,25	99,8	42,3	1,69	18,0	29,45	30,3
05-03-02	105	17	119,0	1,27	25,3	0,31	99,7	41,9	1,70	17,9	28,76	31,4
08-03-02	108	17	119,0	1,27	25,3	1,00	99,2	41,9	1,70	17,9	31,12	25,7
11-03-02	111	17	119,0	1,32	24,4	2,27	98,1	43,4	1,68	18,1	29,91	31,0
14-03-02	114	17	119,0	1,32	24,4	1,17	99,0	43,4	1,68	18,1	31,98	26,3
18-03-02	118	17	119,0	1,31	24,5	6,09	94,9	43,4	1,69	18,0	32,42	25,2
23-03-02	123	17	119,0	1,31	24,5	15,59	86,9	43,4	1,69	18,0	31,84	26,6
28-03-02	128	17	119,0	1,32	24,4	34,78	70,8	43,4	1,68	18,1	32,03	26,1
02-04-02	133	17	119,0	1,32	24,4	46,07	61,3	43,4	1,68	18,1	31,95	26,3
05-04-02	136	17	119,0	1,20	26,8	49,17	58,7	43,4	1,62	18,8	31,07	28,4
09-04-02	140	17	119,0	1,20	26,8	53,39	55,1	43,4	1,62	18,8	32,07	26,1

Suivi expérimental des colonnes: essai à concentration variable (suite)

Date	Jour	Fonctionnement de la pompe (min/h)	Entrée	Colonne 3				Entrée	Colonne 4			
				Scories Ispat Sidbec (Vv = 1.34 L)					Scories Dafasco (Vv = 1.27 L)			
			C _{orthoP} (mg/L)	Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{orthoP} (mg/L)	Rendement (%)	C _{orthoP} (mg/L)	Débit (L/d)	TRHv (h)	C _{orthoP} (mg/L)	Rendement (%)
12-04-02	143	17	119,0	1,20	26,8	57,04	52,1	43,4	1,62	18,8	33,01	23,9
17-04-02	148	17	120,0	1,19	27,0	56,51	52,9	41,7	1,61	18,9	32,83	21,3
22-04-02	153	17	120,0	1,19	27,0	58,53	51,2	41,7	1,61	18,9	31,84	23,7
26-04-02	157	17	120,0	1,19	27,0	61,62	48,7	41,7	1,61	18,9	32,32	22,5
01-05-02	162	17	120,0	1,20	26,8	62,59	47,8	41,1	1,62	18,8	33,44	18,6
06-05-02	167	17	120,0	1,20	26,8	60,27	49,8	43,4	1,62	18,8	32,66	24,7
10-05-02	171	17	120,0	1,37	23,5	55,60	53,7	43,4	1,76	17,3	34,12	21,3
16-05-02	177	17	120,0	1,37	23,5	65,44	45,5	41,6	1,76	17,3	34,14	17,9
21-05-02	182	17	120,0	1,37	23,5	60,60	49,5	41,6	1,76	17,3	34,47	17,1
28-05-02	189	17	120,0	1,37	23,5	61,67	48,6	41,6	1,76	17,3	35,60	14,4
03-06-02	195	17	121,0	1,30	24,7	61,01	49,6	42,2	1,52	20,1	35,15	16,7
06-02-06	198	17	121,0	1,32	24,4	61,71	49,0	42,2	1,72	17,7	34,47	18,3
12-06-02	204	17	121,0	1,32	24,4	62,89	48,0	42,2	1,72	17,7	35,14	16,7
17-06-02	209	17	121,0	1,37	23,5	62,44	48,4	42,2	1,70	17,9	36,86	12,6
21-06-02	213	17	121,0	1,37	23,5	61,29	49,3	42,2	1,70	17,9	34,99	17,0
25-06-02	217	17	118,0	1,37	23,5	61,51	47,9	41,9	1,70	17,9	36,08	13,8
28-06-02	220	17	118,0	1,37	23,5	60,71	48,6	41,9	1,70	17,9	34,52	17,6
02-07-02	224	17	118,0	1,37	23,5	59,88	49,3	41,9	1,70	17,9	34,91	16,6
05-07-02	227	17	118,0	1,42	22,6	57,61	51,2	41,9	1,73	17,6	36,04	13,9
08-07-02	230	17	118,0	1,54	20,9	44,48	62,3	41,9	1,85	16,5	34,45	17,7
11-07-02	233	17	127,0	1,48	21,7	61,42	51,6	42,3	1,84	16,6	36,22	14,4
16-07-02	238	17	127,0	1,48	21,7	67,51	46,8	42,3	1,84	16,6	39,29	7,2
22-07-02	244	17	129,0	1,46	22,0	64,17	50,3	43,5	1,81	16,8	37,53	13,6
29-07-02	251	17	129,0	1,44	22,3	70,71	45,2	43,5	1,80	16,9	39,63	8,8
02-08-02	255	17	129,0	1,46	22,0	68,21	47,1	43,5	1,82	16,7	38,70	11,0
16-08-02	269	17	127,0	1,46	22,0	69,42	45,3	46,6	1,82	16,7	37,52	19,4
22-08-02	275	17	127,0	1,39	23,1	70,56	44,4	46,6	1,78	17,1	41,86	10,1
29-08-02	282	17	127,0	1,39	23,1	63,89	49,7	46,6	1,78	17,1	37,53	19,4
5-09-02	289	17	135,0	1,39	23,1	74,54	44,8	49,2	1,78	17,1	40,11	18,5
13-09-02	297	17	135,0	1,39	23,1	77,14	42,9	49,2	1,78	17,1	40,88	17,0
24-09-02	308	17	120,0	1,37	23,5	74,71	37,7	42,1	1,76	17,3	37,51	10,9
3-10-02	317	17	120,0	1,37	23,5	75,94	36,7	42,1	1,76	17,3	38,79	7,8
9-10-02	323	17	120,0	1,37	23,5	76,60	36,2	42,1	1,76	17,3	35,55	15,5
24-10-02	324	17	120,0	1,39	23,1	84,70	29,4	42,1	1,78	17,1	35,38	15,9
7-11-02	338	17	120,0	1,39	23,1	89,27	25,6	42,1	1,78	17,1	35,99	14,5
12-11-02	343	17	120,0	1,39	23,1	90,49	24,6	42,1	1,78	17,1	36,37	13,6
21-11-02	352	17	120,0	1,40	23,0	95,21	20,7	42,1	1,76	17,3	37,32	11,3
29-11-02	360	17	112,0	1,40	23,0	89,80	19,8	41,2	1,76	17,3	37,21	9,7
03-12-02	364	17	112,0	1,40	23,0	91,53	18,3	41,2	1,76	17,3	35,95	12,8
04-12-02	365	17	111,0	1,39	23,1	88,38	20,4	39,1	1,78	17,1	35,71	8,8
11-12-02	372	17	111,0	1,39	23,1	97,97	11,7	39,1	1,78	17,1	35,76	8,6
20-12-02	381	17	111,0	1,39	23,1	97,97	11,7	39,1	1,78	17,1	36,94	5,6
28-12-02	389	17	111,0	1,39	23,1	95,54	13,9	39,1	1,78	17,1	34,06	13,0
08-01-03	400	17	111,0	1,38	23,3	103,00	7,2	39,1	1,77	17,2	39,58	-1,1
15-01-03	407	17	111,0	1,38	23,3	107,00	3,6	39,1	1,77	17,2	37,76	3,5
23-01-03	415	17	111,0	1,38	23,3	109,00	1,8	39,1	1,77	17,2	39,05	0,2
31-01-03	423	17	111,0	1,39	23,1	104,00	6,3	39,1	1,78	17,1	39,53	-1,0
03-02-14	434	17	112,0	1,39	23,1	101,00	9,8	41,3	1,78	17,1	38,55	6,6
03-02-25	445	17	112,0	1,39	23,1	105,00	6,3	41,3	1,78	17,1	37,96	8,0
03-03-07	455	17	112,0	1,39	23,1	90,43	19,3	41,3	1,78	17,1	32,58	21,1
03-03-12	460	17	112,0	1,40	23,0	106,00	5,4	41,3	1,76	17,3	37,97	8,0
03-03-27	475	17	112,0	1,40	23,0	109,00	2,7	41,3	1,76	17,3	37,36	9,5

Annexe 4.4a: Suivi expérimental des métaux: essai à concentration constante

Date	Jour	Entrée								Colonne 1										Colonne 2							
		Bidon 1								Scores Ispat Sidbec (Vv = 1.26 L)										Scores Dafaasco (Vv = 1.25 L)							
		Ca	Mg	Al	Fe	Mn	Pb			Ca	Mg	Al	Fe	Mn	Pb					Ca	Mg	Al	Fe	Mn	Pb		
		ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
22-11-01	2	1,26	0,22	nd	nd	nd	nd	nd	nd	9,35	0,16	0,40	0,02	nd	nd	nd	nd	nd	nd	23,30	16,50	nd	nd	nd	nd	nd	nd
27-11-01	7	0,95	0,06	nd	nd	nd	nd	nd	nd	1,06	0,21	0,55	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,80	18,20	nd	nd	nd	nd	nd	nd
05-12-01	15	0,96	0,12	nd	0,02	nd	nd	nd	nd	2,15	5,73	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,60	13,00	nd	nd	nd	nd	nd	nd
01-10-12	20	1,00	0,11	nd	nd	nd	nd	nd	nd	3,15	5,38	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,10	9,65	nd	nd	nd	0,16	nd	nd
15-12-01	25	0,54	0,04	nd	nd	nd	nd	nd	nd	4,06	5,27	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,20	8,61	nd	nd	nd	0,20	nd	nd
03-01-02	44	12,50	0,12	nd	nd	nd	nd	nd	nd	6,78	5,70	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,40	6,20	nd	nd	nd	0,29	nd	nd
10-01-02	51									5,25	5,05	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,00	6,01	nd	nd	nd	0,30	nd	nd
17-01-02	58	0,74	0,09	nd	nd	0,01	nd	nd	nd	3,43	3,16	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	22,80	6,44	nd	nd	nd	0,32	nd	nd
21-01-02	62									6,80	6,61	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	20,70	6,17	nd	nd	nd	0,33	nd	nd
31-01-02	72									9,41	5,62	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,20	5,86	nd	nd	nd	0,34	nd	nd
08-02-02	80									12,80	5,33	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	24,60	5,83	nd	nd	nd	0,32	nd	nd
15-02-02	87	1,20	0,39	nd	nd	nd	nd	nd	nd	13,30	4,78	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,80	5,56	nd	nd	nd	0,31	nd	nd
20-02-02	92									14,70	4,28	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,70	5,32	nd	nd	nd	0,33	nd	nd
27-02-02	99									15,10	3,77	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,80	5,22	nd	nd	nd	0,30	nd	nd
05-03-02	105	0,87	0,32	nd	nd	nd	nd	nd	nd	17,30	3,56	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,10	4,91	nd	nd	nd	0,01	nd	nd
02-11-03	111	1,60	0,13							17,30	2,85	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,70	4,61	nd	nd	0,03	0,30	nd	nd
18/03/02	118	2,65	0,15	nd	nd	0,30				18,10	2,55	nd	nd	0,01	nd	nd	nd	nd	nd	17,30	4,22	nd	nd	0,03	0,31	nd	nd
23/03/02	123									18,40	2,34	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,90	4,26	nd	nd	nd	0,32	nd	nd
28/03/02	128									18,80	2,22	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,20	4,10	nd	nd	nd	0,31	nd	nd
02-12-04	143									20,40	2,16	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,20	4,15	nd	nd	nd	0,35	nd	nd
17/04/02	148	0,16	0,04	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,30	2,12	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,50	4,36	nd	nd	nd	0,35	nd	nd
22/04/02	153									20,00	2,12	nd	nd	0,01	nd	nd	nd	nd	nd	20,20	4,60	nd	nd	nd	0,36	nd	nd
02-02-05	162									17,20	1,94	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	15,70	4,10	nd	nd	nd	0,36	nd	nd
02-10-05	171	0,35	0,06	nd	nd	nd	nd	nd	nd	16,20	1,78	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	14,60	3,93	nd	nd	nd	0,33	nd	nd
16/05/02	177									16,70	1,72	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	15,10	3,83	nd	nd	nd	0,35	nd	nd
28/03/02	189									16,90	1,65	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	14,50	3,68	nd	nd	nd	0,35	nd	nd
02-03-06	195									18,80	1,38	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,20	6,74	nd	nd	nd	0,43	nd	nd
02-06-06	198									19,10	1,72	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	18,00	3,76	nd	nd	nd	0,32	nd	nd
17/06/02	209									21,70	2,19	nd	nd	0,03	nd	nd	nd	nd	nd	20,00	4,46	nd	nd	nd	0,35	nd	nd
25/06/02	217	1,40	0,14	nd		nd				17,90	1,90	nd	nd	0,01	nd	nd	nd	nd	nd	19,10	4,42	nd	nd	nd	0,36	nd	nd
02-02-07	224									17,40	1,85	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,50	4,83	nd	nd	nd	0,35	nd	nd
02-11-07	233	2,40	0,40	nd		nd				17,10	2,97	nd	nd	0,01	nd	nd	nd	nd	nd	22,10	5,28	nd	nd	nd	0,37	nd	nd
22/07/02	244	2,60	0,44	nd		nd				20,00	1,71	nd	nd	0,01	nd	nd	nd	nd	nd	20,00	4,35	nd	nd	nd	0,33	nd	nd
02-02-08	255									18,50	1,56	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19,00	4,30	nd	nd	nd	0,34	nd	nd

Suivi expérimental des métaux: essai à concentration constante (suite)

Date	Jour	Entrée						Colonne 1						Colonne 2					
		Bidon 1						Scores kpat Sidbec (Vv = 126 L)						Scores Dafasco (Vv = 125 L)					
		Ca	Mg	Al	Fe	Mn	Pb	Ca	Mg	Al	Fe	Mn	Pb	Ca	Mg	Al	Fe	Mn	Pb
		ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
29-11-02	360	0,19	0,05	nd				19,40	1,23	nd				17,10	3,04	nd			
03-12-02	364							17,70	1,25	nd				18,60	4,09	nd			
04-12-02	365	0,29	0,07	nd				15,60	0,98	nd				11,70	2,39	nd			
20-12-02	381							13,50	0,77	nd				11,50	2,01	nd			
28-12-02	389							14,40	0,82	nd				11,30	1,80	nd			
15-01-03	407							16,60	1,83	nd				14,50	3,01	nd			
23-01-03	415							15,40	1,97	nd				14,00	2,98	nd			
31-01-03	423							15,70	2,06	nd				13,40	2,94	nd			
14-02-03	434	1,48	0,32	nd				16,00	1,75	nd				12,90	2,58	nd			
25-02-03	445							16,00	1,21	nd				12,10	2,01	nd			
7-03-03	455							15,50	1,39	nd				14,30	2,49	nd			
12-03-03	460							16,30	0,99	nd				12,30	1,78	nd			
27-03-03	475							13,60	0,90	nd	nd	nd	nd	11,30	2,02	nd	nd	nd	nd

[illegible]

Suivi expérimental des métaux: essai à concentration variable (suite)

Date	Jour	Entrée										Colonne 3										Entrée										Colonne 4																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																								
		Bidon 2					Series Ispat Sidbec (Vv = 1,34 L)					Bidon 2					Series Dafasco (Vv = 1,27 L)																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																							
		Ca ppm	Mg ppm	Al ppm	Fe ppm	Mn ppm	Pb ppm	Ca ppm	Mg ppm	Al ppm	Fe ppm	Mn ppm	Pb ppm	Ca ppm	Mg ppm	Al ppm	Fe ppm	Mn ppm	Pb ppm	Ca ppm	Mg ppm	Al ppm	Fe ppm	Mn ppm	Pb ppm																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																															
02-02-08	255						2,4	3,44	nd																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																															</

ANNEXE 5: POUVOIR TAMPON DES SCORIES

Annexe 5a: Pouvoir tampon des scories Ispat Sidbec à pH 8

Date: 08-07-02
Volume de l'erenmeyer: 1000 mL
Type de scories: Ispat Sidbec **Granulométrie:** 0,63-1,25 mm
Masse de scories: 30 g
Volume d'eau distillée initial: 700 mL
Type d'acide utilisé: HCL à 0,1 M
Consigne de pH: 8,00
Rotation: 175 rpm

Temps			Duree exp (h)	Duree exp (j)	Vol acide ajoute (mL)	mMol ajoutées
h	min	s				
		40	0,01	0,00	0,00	0,00
		57	0,02	0,00	0,00	0,00
	1	20	0,02	0,00	0,00	0,00
	2	17	0,04	0,00	0,80	0,08
	3	0	0,05	0,00	1,00	0,10
	3	50	0,06	0,00	1,40	0,14
	5	10	0,09	0,00	2,00	0,20
	5	57	0,10	0,00	2,40	0,24
	7		0,12	0,00	2,80	0,28
	8	15	0,14	0,01	3,20	0,32
	9	33	0,16	0,01	3,80	0,38
	10	12	0,17	0,01	4,00	0,40
	11	36	0,19	0,01	4,70	0,47
	12	52	0,21	0,01	5,20	0,52
	14	5	0,23	0,01	5,60	0,56
	15	12	0,25	0,01	6,00	0,60
	16	17	0,27	0,01	6,40	0,64
	17	20	0,29	0,01	6,70	0,67
	18	22	0,31	0,01	7,00	0,70
	19	22	0,32	0,01	7,30	0,73
	20	25	0,34	0,01	7,60	0,76
	21	24	0,36	0,01	7,90	0,79
	22	23	0,37	0,02	8,20	0,82
	23	22	0,39	0,02	8,40	0,84
	24	23	0,41	0,02	8,80	0,88
	25	24	0,42	0,02	9,10	0,91
	26	23	0,44	0,02	9,40	0,94
	27	25	0,46	0,02	9,60	0,96
	28	26	0,47	0,02	10,00	1,00
	29	28	0,49	0,02	10,20	1,02
	30	27	0,51	0,02	10,40	1,04
	31	25	0,52	0,02	10,80	1,08
	32	25	0,54	0,02	11,10	1,11
	33	25	0,56	0,02	11,40	1,14
	34	24	0,57	0,02	11,70	1,17
	35	24	0,59	0,02	11,90	1,19
	36	23	0,61	0,03	12,20	1,22
	37	22	0,62	0,03	12,40	1,24
	38	23	0,64	0,03	12,80	1,28
	39	23	0,66	0,03	13,00	1,30

Pouvoir tampon des scories Ispat Sidbec à pH 8 (suite)

Temps			Duree exp (h)	Duree exp (j)	Vol acide ajoute (mL)	mMol ajoutées
h	min	s				
	40	24	0,67	0,03	13,30	1,33
	41	21	0,69	0,03	13,60	1,36
	42	20	0,71	0,03	13,80	1,38
	43	22	0,72	0,03	14,10	1,41
	44	21	0,74	0,03	14,40	1,44
	45	24	0,76	0,03	14,60	1,46
	46	24	0,77	0,03	14,90	1,49
	47	26	0,79	0,03	15,20	1,52
	48	25	0,81	0,03	15,40	1,54
	49	28	0,82	0,03	15,80	1,58
	50	29	0,84	0,04	16,00	1,60
	51	32	0,86	0,04	16,20	1,62
	52	30	0,88	0,04	16,50	1,65
	53	32	0,89	0,04	16,80	1,68
	57	0	0,95	0,04	17,60	1,76
1	0	0	1,00	0,04	18,40	1,84
1	5	0	1,08	0,05	19,80	1,98
1	10	0	1,17	0,05	21,20	2,12
1	15,5	0	1,26	0,05	22,60	2,26
1	22	0	1,37	0,06	24,20	2,42
1	25	0	1,42	0,06	25,10	2,51
1	30,5	0	1,51	0,06	26,40	2,64
1	35	0	1,58	0,07	27,60	2,76
1	42	0	1,70	0,07	29,40	2,94
1	45	0	1,75	0,07	31,00	3,10
1	50,5	0	1,84	0,08	31,50	3,15
2	0	0	2,00	0,08	33,80	3,38
2	10	0	2,17	0,09	36,40	3,64
2	21	0	2,35	0,10	38,90	3,89
2	23	0	2,38	0,10	39,60	3,96
2	30	0	2,50	0,10	41,30	4,13
2	45	0	2,75	0,11	45,00	4,50
3	0	0	3,00	0,13	48,20	4,82
3	15	0	3,25	0,14	51,80	5,18
3	30	0	3,50	0,15	55,00	5,50
3	45	0	3,75	0,16	58,00	5,80
4	2	0	4,03	0,17	61,80	6,18
4	15	0	4,25	0,18	64,50	6,45
4	45	0	4,75	0,20	70,20	7,02
5	15	0	5,25	0,22	76,00	7,60
5	45	0	5,75	0,24	81,10	8,11
6	15	0	6,25	0,26	86,20	8,62
6	45	0	6,75	0,28	91,20	9,12
7	15	0	7,25	0,30	95,80	9,58

Pouvoir tampon des scories Ispat Sidbec à pH 8 (suite)

Temps			Duree exp (h)	Duree exp (j)	Vol acide ajoute (mL)	mMol ajoutées
h	min	s				
8	15	0	8,25	0,34	104,20	10,42
9	15	0	9,25	0,39	111,60	11,16
11	15	0	11,25	0,47	124,20	12,42
13	15	0	13,25	0,55	135,00	13,50
23	15	0	23,25	0,97	181,20	18,12
24	15	0	24,25	1,01	185,60	18,56
25	15	0	25,25	1,05	189,80	18,98
26	15	0	26,25	1,09	194,00	19,40
28	15	0	28,25	1,18	201,90	20,19
30	15	0	30,25	1,26	208,90	20,89
32	15	0	32,25	1,34	216,00	21,60
34	15	0	34,25	1,43	223,20	22,32

Annexe 5b: Pouvoir tampon des scories Dofasco à pH 8

Date: 12-07-02
Volume de l'erenmeyer: 1000 mL
Type de scories: Dofasco **Granulométrie:** 0,63-1,25 mm
Masse de scories: 30 g
Volume d'eau distillée initial: 700 mL
Type d'acide utilisé: HCL à 0,1 M
Consigne de pH: 8
Rotation: 175 rpm

Temps			Duree exp (h)	Duree exp (j)	Vol acide ajoute (mL)	mMol ajoutées
h	min	s				
	0		0,00	0,00		0,00
		30	0,01	0,00	0,00	0,00
	1		0,02	0,00	0,00	0,00
	1	30	0,03	0,00	0,00	0,00
	2		0,03	0,00	0,20	0,02
	3		0,05	0,00	0,40	0,04
	4		0,07	0,00	1,00	0,10
	5	30	0,09	0,00	1,20	0,12
	10		0,17	0,01	1,80	0,18
	15		0,25	0,01	2,40	0,24
	20		0,33	0,01	2,80	0,28
	25		0,42	0,02	3,10	0,31
	30		0,50	0,02	3,40	0,34
	40		0,67	0,03	3,90	0,39
	50		0,83	0,03	4,30	0,43
1	0		1,00	0,04	4,80	0,48
1	20		1,33	0,06	5,60	0,56
1	40		1,67	0,07	6,20	0,62
2	0		2,00	0,08	6,80	0,68
2	30		2,50	0,10	7,40	0,74
3	0		3,00	0,13	7,60	0,76
4	0		4,00	0,17	8,40	0,84
5	0		5,00	0,21	9,80	0,98
6	0		6,00	0,25	10,40	1,04
8	0		8,00	0,33	11,80	1,18
10	10		10,17	0,42	13,20	1,32
12	0		12,00	0,50	14,20	1,42
22	30		22,50	0,94	18,20	1,82
24	46		24,77	1,03	18,90	1,89
26	33		26,55	1,11	19,60	1,96
29	10		29,17	1,22	20,20	2,02
31	58		31,97	1,33	20,80	2,08
34	30		34,50	1,44	21,60	2,16
38	36		38,60	1,61	22,60	2,26
49	0		49,00	2,04	24,60	2,46
52	49		52,82	2,20	25,20	2,52
57	22		57,37	2,39	25,90	2,59
74	7		74,12	3,09	28,20	2,82

Pouvoir tampon des scories Dofasco à pH 8 (suite)

Temps			Duree exp (h)	Duree exp (j)	Vol acide ajoute (mL)	mMol ajoutées
h	min	s				
99	41		99,68	4,15	30,80	3,08
123	20		123,33	5,14	32,20	3,22
144	32		144,53	6,02	33,20	3,32
170	50		170,83	7,12	34,80	3,48
195	50		195,83	8,16	36,00	3,60
221	6		221,10	9,21	37,20	3,72
245	9		245,15	10,21	38,30	3,83
315	45		315,75	13,16	41,00	4,10
339	2		339,03	14,13	41,80	4,18
363	44		363,73	15,16	42,40	4,24
388	44		388,73	16,20	43,20	4,32
410	46		410,77	17,12	43,80	4,38
482	20		482,33	20,10	45,60	4,56
509	2		509,03	21,21	46,60	4,66
531	45		531,75	22,16	47,40	4,74
553	33		553,55	23,06	47,60	4,76
581	10		581,17	24,22	48,20	4,82
650	2		650,03	27,08	49,40	4,94
674	25		674,42	28,10	50,10	5,01
698	17		698,28	29,10	50,60	5,06